

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

AB

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-273370

(43)Date of publication of application : 13.10.1998

(51)Int.Cl.

C04B 37/00  
H05B 3/14

(21)Application number : 09-338295

(71)Applicant : NGK INSULATORS LTD

(22)Date of filing : 25.11.1997

(72)Inventor : OOHASHI KUROAKI  
IMAI TSUTOMU

(30)Priority

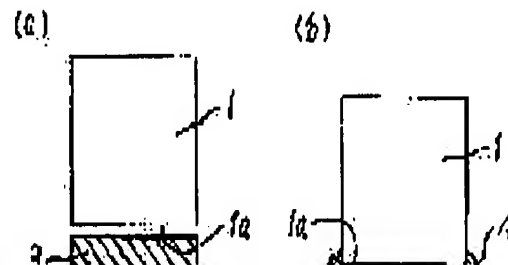
Priority number : 09 29808 Priority date : 30.01.1997 Priority country : JP

(54) JOINTED BODY OF ALUMINUM NITRIDE CERAMIC BASE MATERIAL, PRODUCTION OF JOINTED BODY OF ALUMINUM NITRIDE CERAMIC BASE MATERIAL AND JOINTING MATERIAL THEREFOR

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an unknown method that can joint the base materials made of aluminum nitride ceramic to each other substantially via no third phase other than aluminum nitride ceramic, when the same base materials of aluminum nitride ceramic are jointed.

SOLUTION: An adhesive layer containing at least aluminum nitride ceramic and a fusion mixture is formed between the



rejection]

[Kind of final disposal of application other than  
the examiner's decision of rejection or  
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision  
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-273370

(43) 公開日 平成10年(1998)10月13日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

C 0 4 B 37/00

H 0 5 B 3/14

識別記号

F I

C 0 4 B 37/00

H 0 5 B 3/14

A

B

審査請求 未請求 請求項の数14 F D (全 15 頁)

(21) 出願番号 特願平9-338295

(22) 出願日 平成9年(1997)11月25日

(31) 優先権主張番号 特願平9-29808

(32) 優先日 平9(1997)1月30日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000004064

日本碍子株式会社

愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号

(72) 発明者 大橋 玄章

愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日

本碍子株式会社内

(72) 発明者 今井 勉

愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日

本碍子株式会社内

(74) 代理人 弁理士 杉村 暁秀 (外8名)

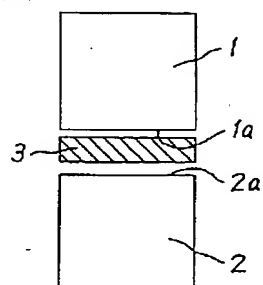
(54) 【発明の名称】 窒化アルミニウム質セラミックス基材の接合体、窒化アルミニウム質セラミックス基材の接合体の製造方法及び接合剤

(57) 【要約】

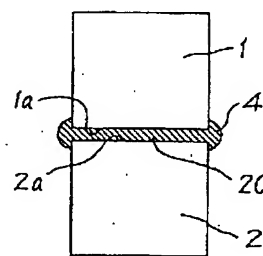
【課題】 窒化アルミニウム質セラミックスからなる基材同士を接合するのに際して、両者の接合界面に実質的に窒化アルミニウム質セラミックス以外の第三相を介在させることなく接合できるようにするための新しい方法を提供する。

【解決手段】 基材1と2との間に、少なくとも窒化アルミニウム質セラミックスと融材とを含有する接合剤を設け、熱処理によって窒化アルミニウム質と融材とを共融させる。次いで、基材1、2の接合界面に、窒化アルミニウム質セラミックスからなる再析出相を析出させる。または、融材の融点以上の温度範囲T1で接合剤を加熱し、次いで温度範囲T1より高い温度範囲T2で、融材の成分が界面から排出されるまで加熱し、次いで再析出相を析出させる。

(a)



(b)



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】窒化アルミニウム質セラミックスからなる複数の基材の接合体であって、前記基材の接合界面に、液相中から再析出した窒化アルミニウム質セラミックスからなる再析出相が生成していることを特徴とする、窒化アルミニウム質基材の接合体。

【請求項2】前記再析出相中に存在する窒化アルミニウム質セラミックス粒子の平均粒径が $1\mu\text{m}$ 以上、 $3.0\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする、請求項1記載の窒化アルミニウム質基材の接合体。

【請求項3】窒化アルミニウム質セラミックスからなる複数の基材の接合体を製造する方法であって、前記基材の間に、少なくとも窒化アルミニウム質セラミックスと融材とを含有する接合剤を設け、熱処理によって前記窒化アルミニウム質セラミックスと前記融材とを共融させ、次いで前記基材の接合界面に窒化アルミニウム質セラミックスからなる再析出相を再析出させることを特徴とする、窒化アルミニウム質セラミックス基材の接合体の製造方法。

【請求項4】前記融材の融点以上の温度範囲T1で前記接合剤を加熱し、次いで前記温度範囲T1より高い温度範囲T2で前記融材の成分が界面から排出されるまで加熱し、次いで前記再析出相を析出させることを特徴とする、請求項3記載の窒化アルミニウム質セラミックス基材の接合体の製造方法。

【請求項5】窒化アルミニウム質セラミックスからなる複数の基材の接合体を製造する方法であって、前記基材の間に、少なくとも窒化アルミニウム質セラミックスと融材とを含有する接合剤を設け、前記融材の融点以上の温度範囲T1で前記接合剤を加熱し、次いで前記温度範囲T1より高い温度範囲T2で前記融材の成分が界面から排出されるまで加熱し、次いで前記再析出相を析出させることを特徴とする、窒化アルミニウム質セラミックス基材の接合体の製造方法。

【請求項6】前記融材の融点が $1300^{\circ}\text{C}$ 以上、 $1500^{\circ}\text{C}$ 以下であることを特徴とする、請求項5記載の窒化アルミニウム質基材の接合体の製造方法。

【請求項7】前記融材の組成が $\text{CaO} : 25 \sim 45$ 重量%、 $\text{Y}_2\text{O}_3 : 5 \sim 30$ 重量%および残部 $\text{Al}_2\text{O}_3$ であり、 $1400^{\circ}\text{C} \sim 1650^{\circ}\text{C}$ の温度範囲で前記接合剤を加熱し、次いで $1650^{\circ}\text{C} \sim 1800^{\circ}\text{C}$ の温度範囲で前記融材の成分が界面から排出されるまで加熱することを特徴とする、請求項6記載の窒化アルミニウム質基材の接合体の製造方法。

【請求項8】前記接合剤が、 $\text{CaO} : 25 \sim 45$ 重量%、 $\text{Y}_2\text{O}_3 : 5 \sim 30$ 重量%、残部 $\text{Al}_2\text{O}_3$ の組成からなる融材と窒化アルミニウム質セラミックスとを含有しており、かつ窒化アルミニウム質セラミックスの含有量が10重量%以上、90重量%以下であることを特

徴とする、請求項5記載の窒化アルミニウム質基材の接合体の製造方法。

【請求項9】前記融材の組成がX-Y-Z系組成であることを特徴とする、請求項5または6記載の窒化アルミニウム質基材の接合体の製造方法。(Xは、アルカリ金属元素およびアルカリ土類金属元素からなる群より選ばれた一種以上の金属元素の化合物であり、Yは、希土類元素の化合物であり、Zは、アルミニウムの化合物であり、前記融材を構成する全金属元素のうち、Xを構成する前記金属元素の割合が $25 \sim 50\text{mol}\%$ であり、Yを構成する希土類元素の割合が $5 \sim 30\text{mol}\%$ であり、残部がアルミニウムである。)

【請求項10】前記融材の融点以上の温度範囲T1で前記接合剤を加熱したときに、前記融材と前記窒化アルミニウム質セラミックスとの共融物中に、Xを構成する前記金属元素の酸化物とフッ化物との少なくとも一方と、前記希土類元素の酸化物とフッ化物との少なくとも一方と、アルミニウムの酸化物とフッ化物との少なくとも一方とが含有されていることを特徴とする、請求項9記載の窒化アルミニウム質基材の接合体の製造方法。

【請求項11】前記接合剤において、窒化アルミニウム質セラミックスの含有量が10重量%以上、90重量%以下であることを特徴とする、請求項9記載の窒化アルミニウム質基材の接合体の製造方法。

【請求項12】窒化アルミニウム質セラミックスからなる複数の基材を接合するために使用する接合剤であって、

$\text{CaO} : 25 \sim 45$ 重量%、 $\text{Y}_2\text{O}_3 : 5 \sim 30$ 重量%、残部 $\text{Al}_2\text{O}_3$ の組成からなる融材と窒化アルミニウム質セラミックスとを含有しており、かつ窒化アルミニウム質セラミックスの含有量が10重量%以上、90重量%以下であることを特徴とする、接合剤。

【請求項13】窒化アルミニウム質セラミックスからなる複数の基材を接合するために使用する接合剤であって、

前記接合剤が融材および窒化アルミニウム質セラミックスを含有しており、前記融材の組成がX-Y-Z系組成であり、前記接合剤における窒化アルミニウム質セラミックスの含有量が10重量%以上、90重量%以下であることを特徴とする接合剤。(Xは、アルカリ金属元素およびアルカリ土類金属元素からなる群より選ばれた一種以上の金属元素の化合物であり、Yは、希土類元素の化合物であり、Zは、アルミニウムの化合物であり、前記融材を構成する全金属元素のうち、Xを構成する前記金属元素の割合が $25 \sim 50\text{mol}\%$ であり、Yを構成する希土類元素の割合が $5 \sim 30\text{mol}\%$ であり、残部がアルミニウムである。)

【請求項14】前記のXとYとの少なくとも一方が、 $1650^{\circ}\text{C} \sim 1800^{\circ}\text{C}$ における蒸気圧が $0.001 \sim 1000\text{Pa}$ である酸化物またはフッ化物を含んでいるこ

とを特徴とする、請求項13記載の接合剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、窒化アルミニウム質セラミックスからなる基材の接合体、接合方法およびこれに好適に使用できる接合剤に関するものである。

【0002】

【従来の技術】エッチング装置、化学的気相成長装置等の半導体装置においては、いわゆるステンレスヒーターや、間接加熱方式のヒーターが一般的であった。しかし、これらの熱源を用いると、ハロゲン系腐食性ガスの作用によってパーティクルが発生することがあり、また熱効率が悪かった。こうした問題を解決するため、本出願人は、緻密質セラミックス基材の内部に、高融点金属からなるワイヤーを埋設したセラミックスヒーターを開示した（特開平3-261131号公報）。このワイヤーは、円盤状基材の内部で螺旋状に巻回されており、かつこのワイヤーの両端に端子を接続する。こうしたセラミックスヒーターは、特に半導体製造用として優れた特性を有していることが判った。

【0003】セラミックスヒーターの基体を構成するセラミックスとしては、窒化珪素、窒化アルミニウム、サイアロン等の窒化物系セラミックスが好ましいと考えられている。また、セラミックスヒーター上にサセプターを設置し、このサセプターの上に半導体ウエハーを設置して、半導体ウエハーを加熱する場合がある。本出願人は、こうしたセラミックスヒーターやサセプターの基材として、窒化アルミニウムが好ましいことを開示した（特開平5-101871号公報）。特に、半導体製造装置においては、エッチングガスやクリーニングガスとして、 $\text{ClF}_3$ 等のハロゲン系腐食性ガスを多用するが、これらのハロゲン系腐食性ガスに対する耐蝕性の点で、窒化アルミニウムがきわめて高度の耐食性を有していることが確認されたからである。一方、セラミックスは加工が困難であるため、単純な形状のセラミックスを互いに接合して、複雑な形状の部品を得るための研究が継続されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかし、一般にセラミックス同士の接合界面には、熱膨張率や機械的特性の異なる第三相が形成される。この第三層は、一般に、加熱冷却に伴う熱応力や、様々な機械的応力に対して破壊し易いという問題があった。特に、窒化アルミニウム質セラミックスは、窒化珪素セラミックス等と比較して、靱性が低いために、第三層の影響は深刻であった。

【0005】また、シリコンを主成分として含む化合物や、ガラスによって、窒化アルミニウム質セラミックスを接合した場合には、接合界面に残存する第三相が、 $\text{NF}_3$ や $\text{ClF}_3$ 等のハロゲン系腐食性ガスのプラズマによって選択的に腐食される。こうした接合体は、半導体

製造装置といった腐食環境下の使用に耐えないものとなっていた。

【0006】また、窒化アルミニウム焼結体からなる基材同士を直接接合する方法として、特開平2-124778号公報においては、基材を $1800^{\circ}\text{C}\sim 1900^{\circ}\text{C}$ に加熱し、拡散接合により一体化している。しかし、こうした拡散接合法によって窒化アルミニウム焼結体を接合するためには、非常に高温が必要であり、例えば $1800\sim 1900^{\circ}\text{C}$ は、もとの焼結体の焼結温度と同程度の高温である。このため、接合工程において基材が変質したり、変形したりし易い。また、約 $60\text{MPa}$ 以下の低い強度の接合体しか得られていない。

【0007】特開平8-13280号公報によれば、比較的強度の高い窒化アルミニウム焼結体の接合体が開示されている。しかし、この方法においても、やはりもとの基材である窒化アルミニウム焼結体の焼結温度と同程度の高温を必要とする。また、基材の接合面の粗度および平面度を $0.2\mu\text{m}$ 以下とするための超精密加工を必要とするが、このような加工は製造コストの上昇の原因となる。

【0008】本発明の課題は、窒化アルミニウム質セラミックスからなる基材同士を接合するのに際して、両者の接合界面に実質的に窒化アルミニウム質セラミックス相以外の第三相を介在させることなく接合できるようにするための新しい方法を提供することである。また、比較的低い温度で強固に接合できるようにすることである。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明は、窒化アルミニウム質セラミックスからなる複数の基材の接合体であって、基材の接合界面に、液相中から再析出した窒化アルミニウム質セラミックスからなる再析出相が生成していることを特徴とする、窒化アルミニウム質基材の接合体に係るものである。

【0010】また、本発明は、窒化アルミニウム質セラミックスからなる複数の基材の接合体を製造する方法であって、基材の間に、少なくとも窒化アルミニウム質セラミックスと融材とを含有する接合剤を設け、熱処理によって窒化アルミニウム質と融材とを共融させ、次いで基材の接合界面に窒化アルミニウム質セラミックスからなる再析出相を再析出させることを特徴とする。

【0011】また、本発明は、窒化アルミニウム質セラミックスからなる複数の基材の接合体を製造する方法であって、基材の間に、少なくとも窒化アルミニウム質セラミックスと融材とを含有する接合剤を設け、融材の融点以上の温度範囲T1で接合剤を加熱し、次いで温度範囲T1より高い温度範囲T2で融材の成分が界面から排出されるまで加熱し、次いで再析出相を析出させることを特徴とする。

【0012】また、本発明は、窒化アルミニウム質セラ

ミックスからなる複数の基材を接合するために使用する接合剤であって、 $\text{CaO}$ : 25~45重量%、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ : 5~30重量%、残部 $\text{Al}_2\text{O}_3$ の組成からなる融材と窒化アルミニウム質セラミックスとを含有しており、かつ窒化アルミニウム質セラミックスの含有量が10重量%以上、90重量%以下であることを特徴とする。

【0013】また、本発明は、窒化アルミニウム質セラミックスからなる複数の基材を接合するために使用する接合剤であって、接合剤が融材および窒化アルミニウム質セラミックスを含有しており、融材の組成がX-Y-Z系組成であり、接合剤における窒化アルミニウム質セラミックスの含有量が10重量%以上、90重量%以下であることを特徴とする接合剤に係るものである。(Xは、アルカリ金属元素およびアルカリ土類金属元素からなる群より選ばれた一種以上の金属元素の化合物であり、Yは、希土類元素の化合物であり、Zは、アルミニウムの化合物であり、融材を構成する全金属元素のうち、Xを構成する金属元素の割合が25~50mol%であり、Yを構成する希土類元素の割合が5~30mol%であり、残部がアルミニウムである。)

【0014】本発明の接合体および接合方法について、適宜図面を参照しつつ、更に詳細に説明する。基材を構成する窒化アルミニウム質セラミックスの中には、種々の焼結助剤や着色剤などの添加剤を含有させ得る。図1(a)に模式的に示すように、基材の接合面1aと基材2の接合面2aとを対向させる。このとき、所定の接合剤3を接合面1aと2aとの間に介在させる。

【0015】この際、本発明者は、接合剤3中に、少なくとも窒化アルミニウム質セラミックスと融材とを含有させることを想到した。この融材は、基材1、2の焼結温度よりも低い温度で溶融する必要がある、特に基材1、2に対して、熱による劣化を生じさせないために、1500℃以下の融点を有しているものが好ましい。

【0016】本発明者は、基材1、2および接合剤3を、接合剤3中の融材の溶融温度以上で加熱してみた。これによって、図1(b)に示すように接合剤を溶融させる。溶融した接合剤20の一部は、基材1と2との表面を濡らして移動し、4のように膨張部分を作る。

【0017】ここで、融材の溶融の初期には、図2(a)に示すように、溶融物20が接合面1aと2aとの間にあるが、融材の融点以上の温度範囲で保持すると、溶融した接合剤20に接する基材1、2の界面近傍21が液状になってきた。例えば、 $\text{Ca}-\text{Al}-\text{O}$ 共晶組成や $\text{Y}-\text{Ca}-\text{Al}-\text{O}$ 共晶組成の酸化物からなる融材を使用した場合には、1415℃または1375℃付近で融材の溶融が始まり、次いで基材1、2の接合面がこの溶融物と接触し、液状化してくるものと考えられる。

【0018】しかも、接合剤中に、窒化アルミニウム質

セラミックスを混在させておくことで、これが融材中に溶融してくるものと考えられる。

【0019】窒化アルミニウム質セラミックスは、いわゆる液相焼結と呼ばれる焼結プロセスを経過する。即ち、いったん窒化アルミニウム粒子が液状化した後に、冷却過程で固化するというプロセスを経過する。

【0020】ただし、基材1、2のような通常の基材を製造する際には、窒化アルミニウム質の粉末を混合し、通常は5重量%以下の焼結助剤を添加し、加熱する。この際には、窒化アルミニウム質粒子の表面近傍が溶融し、主として粒子の表面に沿って物質移動が生じ、隣接する粒子同士が、移動した溶融物によって接合する。この結果、無数の粒子が互いに強固に結合され、セラミックスの骨格が生成していく。

【0021】これに対して、接合剤3を加熱して、基材1と2との間に溶融物相5を生成させた場合には、溶融した接合剤と基材1、2との界面付近で、窒化アルミニウム粒子が液状化し、この液相を介して融材の成分の基材中への拡散が起こり、その部分の組成が変化するものと考えられる。

【0022】しかし、本発明においては、これと共に、溶融物5の中では窒化アルミニウム質セラミックスの骨材粒子がほぼ溶融し、ほぼ消失しているものと考えられる。これは、溶融物5の内部では融材の量が多いからである。

【0023】なお、窒化アルミニウム粒子が液相に溶け出す場合には、基材1、2の接合面1a、2aにおける突起部分から、優先的に溶融接合剤中へと溶け出すので、接合界面が平坦化する。この後、次の加熱工程を実施することなく冷却すると、接合剤の成分が窒化アルミニウム粒子の粒界において析出する。

【0024】融材の溶融工程(第一の工程)においては、加熱温度を融材の溶融温度以上とするが、後述する接合剤の排出が実質的に起こる温度以下とし、この段階では接合剤の排出を避けることが好ましい。

【0025】次いで、第一の工程におけるよりも温度を上昇させると、溶融した融材が実質的に基材の間から排出され、各基材が第三相を介在させることなく、連続するようになった。

【0026】しかも、融材中にほぼ溶融していた窒化アルミニウムが、冷却過程で再析出し、析出相が生成することが判明した。そして、基材1と基材2とは、この融材中から再析出した窒化アルミニウム質セラミックスの析出相を介して、窒化アルミニウム質相以外の第三相を介在させることなく、直接に強固に接合されていることを発見し、本発明を完成した。

【0027】この機構は、窒化アルミニウムが液相から固化し、窒化アルミニウム粒子が析出するときに、この粒子中からリットリウム等の焼結助剤が排出され、更には焼結体の内部から外部へと向かって排出されていく機

構と類似している。ただし、このプロセスは、前記したように、窒化アルミニウム粒子の表面近傍で起こるものである。

【0028】本発明は、基材を構成する窒化アルミニウム質セラミックスの種類を問うことなく、いずれの場合にも高い接合強度が得られる。しかも、融材の溶融の過程において、窒化アルミニウム粒子の相互の拡散が容易になるため、固相接合より低い温度で接合が可能になった。

【0029】本発明は、95%以上の相対密度を有する窒化アルミニウム質セラミックスに対して特に好適である。また、基材の少なくとも一方が、ホットプレス焼結またはホットアイソスタティックプレス焼結法による焼成品である場合にも、好適である。

【0030】融材を溶融させる第一の工程、融材を排出させる第二の工程において、各温度範囲T1、T2内では、それぞれ一定温度に保持することが好ましいが、各温度範囲T1、T2内で、それぞれ温度上昇、温度降下を行っても良い。

【0031】また、第一の工程における温度範囲は、接合剤を確実に溶融させるためには1400℃以上とすることが好ましく、接合剤との界面における窒化アルミニウム粒子の液化化を促進するためには、1450℃以上とすることが一層好ましい。また、第一の工程において接合剤の排出が進行すると、接合剤の基材中への拡散ないし浸出が起りにくくなるため、接合剤の排出を抑制するために、1650℃以下とすることが好ましい。

【0032】第二の工程における温度範囲は、接合剤の排出を促進するために、1650℃以上とすることが好ましい。また、窒化アルミニウム質の基材の変形、変質等を防止するために、1800℃以下とすることが好ましい。

【0033】第一の工程における加熱時間、第二の工程における加熱時間は、それぞれ、30分間以上、10時間以下とすることが好ましいが、適宜選択できる。

【0034】第一の工程、第二の工程における雰囲気は、非酸化性雰囲気であれば、N<sub>2</sub>等の不活性ガス雰囲気でもよく、真空でも良い。ただし、第二の工程においては、真空中では、若干ではあるものの窒化アルミニウムの分解が認められたため、窒素雰囲気が特に好ましい。

【0035】接合時には、図2(b)に矢印Aで示すように加圧することが、接合強度を一層向上させる上で好ましい。加圧の効果は、実質的には5kg/cm<sup>2</sup>の圧力で現れる。上限は500kg/cm<sup>2</sup>であり、これを越える圧力を加えると、基材に変形やクラックが発生し易くなる。また、低温で加圧すると、基材が割れる場合がある。従って、融材が融解する温度以上で圧力を加えることが好ましい。

【0036】融材の組成は限定されないが、イットリウ

ムを含有する系が好ましく、この場合に、融材の排出効果が特に顕著であった。この観点からは、Y-Ca-A1-O共晶組成が特に好ましく、CaO:25~45重量% (更に好ましくは25~40重量%)、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:5~30重量% (更に好ましくは15~30重量%)および残部Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の系が特に好ましい。この中でも、37CaO-19Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-44Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>共晶組成(融点1375℃)、28CaO-26Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-46Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>共晶組成(融点1395℃)、43CaO-5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-52Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>組成(融点1500℃)が特に好ましい。

【0037】融材としては、他の組成系の酸化物も好適に使用できる。しかし、窒化アルミニウム質セラミックスにおいては、1650℃を越える温度では、融材の排出が進行し、融材の窒化アルミニウム中への浸出が生じにくいため、融材の融点が1650℃以下であることが好ましく、1600℃以下であることが一層好ましい。なお、上記において、接合剤の融点とは、液相が生成し始める温度を指す。

【0038】また、接合剤中には、少なくとも窒化アルミニウム質セラミックスを含有させる。この際、窒化アルミニウム質セラミックスの含有比率は、接合剤の全体を100重量%としたときに、10重量%以上とすることが好ましく、これによって窒化アルミニウム質の再析出が生じやすくなる。この観点からは40重量%以上とすることが一層好ましい。

【0039】また、90重量%以下とすることが好ましく、これによって窒化アルミニウム質セラミックスの溶融が進行し易い。ただし、窒化アルミニウム質セラミックスが接合剤の90重量%も占めている場合には、この全体は溶融しないと考えられるが、その場合でも窒化アルミニウム質セラミックス粒子の溶融が進行し、最終的に接合剤において窒化アルミニウム質セラミックス粒子の再析出が見られる。

【0040】ただし、窒化アルミニウム質セラミックスの溶融を一層進行させ、再析出する粒子の粒径を小さくかつ均一にして、接合部分の強度を向上させるためには、接合剤中の窒化アルミニウム質セラミックスの比率を80重量%以下とすることが好ましい。

【0041】融材は、化合物の形で良く、各成分の混合物でも良い。また、接合剤の形態も限定されない。例えば、融材の粉末と窒化アルミニウム質セラミックスの粉末との混合粉末とすることが好ましいが、融材の粉末と窒化アルミニウム質セラミックスの粉末との仮焼粉末とすることもできる。更に、融材と窒化アルミニウム質セラミックスとの仮焼物の箔や薄板とすることができ

る。

【0042】特には前述のX-Y-Z組成系の融材が好ましい。ここで、希土類元素は、スカンジウム、イットリウム、ランタン、セリウム、プラセオジウム、ネオジ



ム、プロメチウム、サマリウム、ユーロビウム、ガドリウム、テルビウム、ジスプロシウム、ホルミウム、エルビウム、ツリウム、イットルビウム、ルテチウムの十七元素を言う。この中で、イットリウム、ランタン、セリウム、ネオジム、イットルビウムが、融材の排出効果が特に高く、イットリウムおよびイットルビウムが一層好ましく、イットリウムが最も好ましい。

【0043】Xを構成する金属元素としては、リチウム、カルシウム、ストロンチウム、バリウムが特に好ましい。

【0044】X、Y、Zの各化合物としては、具体的には酸化物またはフッ化物が好ましい。酸化物またはフッ化物以外の化合物も使用できるが、この場合には、融材が熔融した時に酸化物またはフッ化物を生成するような化合物が好ましい。こうした化合物としては、炭酸塩、硝酸塩、シュウ酸塩、リン酸塩などがある。

【0045】上記において、融材の好適な組成を列挙したが、融材は次のものを含む。

(1) X化合物、Y化合物およびZ化合物からなる混合物。この場合には、X化合物、Y化合物およびZ化合物として、それぞれ、前記した酸化物、フッ化物、炭酸塩、硝酸塩、シュウ酸塩、リン酸塩などを使用できる。

(2) X、Y、Zのすべての成分を含有する化合物。例えば、Xを構成する金属の酸化物と、Yを構成する金属の酸化物と、Zを構成する金属の酸化物とを混合して混合物を得、この混合物を仮焼または焼成することによって、複合酸化物またはガラスを得ることができる。この複合酸化物またはガラスを融材として使用できる。

【0046】また、融材のうち、X成分とY成分との少なくとも一方が、1650℃～1800℃における蒸気圧が0.001～1000Paである酸化物またはフッ化物を含んでいることが好ましい。こうした酸化物またはフッ化物としては、具体的には、 $\text{Li}_2\text{O}$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{SrO}$ 、 $\text{BaO}$ 、 $\text{SrF}_2$ がある。

【0047】本発明においては、基材の接合界面に、窒化アルミニウム質セラミックスの粒子の再析出相が生成する。これは、いったん融材の溶解物中に融解した窒化アルミニウムの析出によって形成されたものである。通常、基材の接合界面における窒化アルミニウム粒子の平均粒径は小さく、3.0 $\mu\text{m}$ 以下であり、こうした液相からの細かい析出粒子が、基材の接合界面に沿って層状をなして存在している。窒化アルミニウムの全部またはかなりの部分が融材中にいったん融解し、再析出しているので、基材などに比べて未だ窒化アルミニウム粒子の成長が進行していないことによって、細かい粒子が生成するものと考えられる。

【0048】このような微構造によって、基材の接合界面付近の接合強度と気密性とは極めて向上し、基材の接合界面の強度が他の部分の強度よりも高くなるという顕著な特徴がある。また、この接合界面には、融材の残留

はほとんど見られず、顕著な第三相は確認されていない。

【0049】図3は、半導体製造装置用のサセプターの保持構造を示す断面図であり、図4は図3のIV-IV線断面図である。サセプター6は、例えば円盤形状をしており、この表面6bに半導体ウエハーを設置できるようになっている。サセプター6の裏面6aに、例えば略円筒形状の保持具8の端面8aを接合する。サセプター6、保持具8は、いずれも窒化アルミニウム質セラミックスであり、両者を本発明に従って接合する。7は、リフトピンを挿通するための貫通孔である。好ましくは、保持具8の端面8a付近にフランジ部8bを形成し、本発明に従って接合を行う際に、フランジ部8bの表面8cに対して矢印Bのように圧力を加えることができる。

【0050】サセプター6の機能や構造は特に限定されず、例えば、基材中に抵抗発熱体を埋設したセラミックヒーター、基材中に静電チャック用電極を埋設したセラミック静電チャック、基材中に抵抗発熱体と静電チャック用電極を埋設した静電チャック付きヒーター、基材中にプラズマ発生用電極を埋設した高周波発生用電極装置などを例示できる。

【0051】例えば、図3、図4に示す装置においては、サセプター6の中に抵抗発熱体(図示しない)が埋設されており、抵抗発熱体の端子12に対してケーブル10が接続されている。また、サセプター6の中に、プラズマ発生用電極または静電チャック電極として機能する平板形状の電極(図示しない)が埋設されており、この電極の端子13に対してケーブル11が接続されている。これらのケーブル10、11、端子12、13は、いずれも保持具8の内部空間9内に収容されており、半導体製造装置のチャンバー中の腐食性ガスまたはそのプラズマに対して直接接触しない。

【0052】更に、本発明は、半導体ウエハーを設置するためのサセプター、ダミーウエハー、シャドーリング、高周波プラズマを発生させるためのチューブ、高周波プラズマを発生させるためのドーム、高周波透過窓、赤外線透過窓、半導体ウエハーを支持するためのリフトピン、シャワー板等を、他の部材に接合するために使用できる。

【0053】

【実施例】以下、更に具体的な実験結果について述べる。

(実験1)表1、表2に示す各実験を行って接合体を作製し、得られた接合体について、各種特性を評価した。

【0054】ただし、接合した基材1である「95%A1N」とは、5重量%の $\text{Y}_2\text{O}_3$ 粉末と95重量%の窒化アルミニウム粉末との混合粉末を焼結して得た焼結体である。基材2である「99.9%A1N」とは、添加剤を含まない窒化アルミニウム粉末を焼結して得た焼結体である。各基材の寸法は、20mm×20mm×10

mmである。

【0055】一方、「接合剤」として、表1に示す各組成の酸化物の粉末と、AlN骨材の粉末とを準備し、混合して得た混合粉末を使用した。ここで、各粉末の履歴は、以下の通りである。

【0056】(37CaO-19Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-44Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 試薬特級のCaO、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を重量%で37CaO-19Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-44Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>となるように混合し、大気中で1600℃で溶解した後、水中に投下し、次いで、32ミクロンの篩を通るまでボールミルにて粉碎した。

【0057】(28CaO-26Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-46Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、43CaO-5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-52Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 試薬特級のCaO、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を、重量%で各組成比率となるように混合し、乳鉢にて32ミクロンの篩を通るまで粉碎した。

【0058】(AlN骨材) 純度99.9%の窒化アルミニウム粉末をペレット状に成形し、窒素中、1900℃で相対密度が98%以上になるまで焼結した。この焼結体を解砕し、32ミクロンの篩を通るまでボールミルにて粉碎した。

【0059】表1、表2には、酸化物粉末とAlN骨材との混合粉末の混合比率を、「重量%」の単位で表示した。

【0060】各基材の接合面を、表面粗さRaが0.2μm~2μmとなるように、研削加工した。表1、表2に示す各組成の接合剤(混合粉末)を、各基材の接合面に、2~200mg/cm<sup>2</sup>の割合で塗布した。

【0061】各実験における接合条件は、表1、表2に

示すとおりである。加圧に際しては油圧プレスを用いた。加熱の間中、接合面と垂直な方向に一軸加圧し、表1、2に示す所定の圧力を加え続けた。昇降温速度は、2000℃/時間~30℃/時間の範囲内とした。融材の熔融時の温度T1と融材の排出時の温度T2とを、表1、2に示すように変更した。また、熱処理時の雰囲気とその圧力も表1、2に示す。

【0062】こうして得られた各実験番号の接合体(抗折棒)について、「JISR1601K 抗折試験」に基づいて接合強度を評価した。ただし、室温で、接合体を、接合界面が中心となるように加工した。

【0063】また、前記において、基材の形状を変更した。即ち、実験番号1~10の各条件に従って、直径φ50mm×厚さ15mmの円板形状の基材と、外径36mm、内径28mm、長さ10mmの円管形状の基材とを接合した。得られた接合体を、Heリーク試験に供した。この試験に用いた試験機の測定限界は、1.0×10<sup>-8</sup> torrリットル/秒であった。ただし、表1、2の「リーク量」中の数値の単位は「torrリットル/秒」であり、1.0E-8とは「1.0×10<sup>-8</sup>」であり、1.0E-6とは「1.0×10<sup>-6</sup>」である。

【0064】また、各抗折棒を、走査型電子顕微鏡による断面観察にも供し、接合界面の様子を確認した。接合界面相は、反射電子像及びEDS(Energy Dispersion Spectroscopy)により同定した。これらの結果を表1、2に示す。

【0065】

【表1】

実験 No.		1	2	3	4	5
		比較例	実施例	実施例	実施例	実施例
接合した 基材	1	95%AlN	95%AlN	95%AlN	95%AlN	95%AlN
	2	99.9%AlN	99.9%AlN	99.9%AlN	99.9%AlN	99.9%AlN
接 合 剤	37CaO-19Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 44Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0	10	20	40	60
	28CaO-26Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 46Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	—	—	—	—	—
	43CaO-5Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 52Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	—	—	—	—	—
	AlN骨材	100	90	80	60	40
熱 処 理	T1	1450℃, 2h	1450℃, 2h	1450℃, 2h	1450℃, 2h	1450℃, 2h
	T2	1600℃, 2h	1600℃, 2h	1600℃, 2h	1600℃, 2h	1600℃, 2h
	雰囲気	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)
	圧力 kgf/cm <sup>2</sup>	25kgf/cm <sup>2</sup>	25kgf/cm <sup>2</sup>	25kgf/cm <sup>2</sup>	25kgf/cm <sup>2</sup>	25kgf/cm <sup>2</sup>
接 合 体 特 性	強度 (MPa)	5	220	350	350	350
	リーク量	1.0E-06	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8
	析出相	認められず	AlN	AlN	AlN	AlN

【0066】

【表2】

実験 No.		6	7	8	9	10
		実施例	実施例	比較例	実施例	実施例
接合した 基材	1	95%AlN	95%AlN	95%AlN	95%AlN	95%AlN
	2	99.9%AlN	99.9%AlN	99.9%AlN	99.9%AlN	99.9%AlN
接 合 剤	37CaO-19Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 44Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	80	90	100	—	—
	28CaO-26Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 46Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	—	—	—	60	—
	43CaO-5Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 52Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	—	—	—	—	60
	AlN骨材	20	10	0	40	40
熱 処 理	T1	1450℃, 2h	1450℃, 2h	1450℃, 2h	1450℃, 2h	1600℃, 1h
	T2	1600℃, 2h	1600℃, 2h	1600℃, 2h	1600℃, 2h	1750℃, 2h
	雰囲気	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)
	圧力 kgf/cm <sup>2</sup>	25	25	25	25	25
接 合 体 特 性	強度 (MPa)	280	240	100	330	320
	リーク量	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8
	析出相	AlN	AlN	認められず	AlN	AlN

【0067】実験番号1（比較例）では、基材の接合強度が極めて低く、リーク量も多い。実験番号2～7、9、10では、接合強度が高く、リーク量が少なく、装置の測定限界未満であった。

【0068】実験番号8では、AlN骨材を入れていないが、非常に強固な接合が形成されていることがわかる。しかし、本発明例の方が、接合強度がさらに著しく向上していることも判る。

【0069】次に、リーク量を測定した各接合体について、それぞれ、大気中で、50℃と700℃との間の熱サイクル試験（100サイクル）を実施した。これによって、接合体が熱衝撃、熱サイクルに耐え得るものか否かを判断した。この結果、本発明の実施例については、いずれも剥離やリーク量の低下は認められなかった。

【0070】また、リーク量を測定した実験番号3、4、5、6の各接合体を、450℃のNF<sub>3</sub>プラズマ中に24時間さらした。この後、前記のようにしてリーク量を測定したところ、リーク量の劣化は認められなかった。

【0071】ここで、実験番号5の接合体（抗折棒）の接合界面近傍のセラミックス組織の反射電子像写真を、図5に示す。写真の上側から順番に、95%AlN、接合界面、99.9%AlNが並んでいる。上側の95%AlN層においては、黒く見える窒化アルミニウム粒子の粒界に、イットリアを主成分とする粒界層が白く見えている。下側の99.9%AlN層では、ほとんどが黒色の窒化アルミニウム粒子からなっており、粒界層は見えない。

【0072】界面層の厚さは、約10μmであった。ただし、界面層とその周辺において、クラックや変質層はまったく認められず、またCa-Y-Al-O系の材料が豊富な層も認められず、上下の窒化アルミニウム層のセラミックス組織と連続していることが判る。

【0073】この界面層の組成を分析した結果、窒化アルミニウムと判定された。塗布した粉末の粒径は、いずれも最大32μmであったのに対して、界面層中にある窒化アルミニウム質粒子の粒径は約2ミクロンである。つまり、界面層中の窒化アルミニウム粒子は、再析出したものであることを示している。また、界面層には酸化物は認められず、純度の異なる上側と下側との各窒化アルミニウム質基材が、良好に接合していることが判る。

【0074】実験番号2、3、4、6、7の接合体においても、上記と同様の微構造を観察した。

【0075】実験番号1においては、析出層は認められなかった。また、実験番号8においては、酸化物が接合界面から完全に排出されており、99.9%窒化アルミニウム側の結晶相と95%窒化アルミニウム側の結晶相とが隙間なく連続していることが判明した。

【0076】（実験2）実験1と同様にして、表3、表4に示す各実験番号の条件に従って、各接合体を製造し、実験1と同様の試験に供した。ただし、実験2においては、95%AlNからなる基材同士を接合した。これらの結果を表3、4に示す。

【0077】

【表3】

実験 No.		11	12	13	14	15
		比較例	実施例	実施例	実施例	実施例
接合した 基材	1	95%AlN	95%AlN	95%AlN	95%AlN	95%AlN
	2	95%AlN	95%AlN	95%AlN	95%AlN	95%AlN
接 合 剤	37CaO-19Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 44Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0	10	20	40	60
	28CaO-26Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 46Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	-	-
	43CaO-5Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 52Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	-	-
	AlN骨材	100	90	80	60	40
熱 処 理	T1	1550°C, 2h	1550°C, 2h	1550°C, 2h	1550°C, 2h	1550°C, 2h
	T2	1700°C, 2h	1700°C, 2h	1700°C, 2h	1700°C, 2h	1700°C, 2h
	雰囲気	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)
	圧力 kgf/cm <sup>2</sup>	100	100	100	100	100
接 合 体 特 性	強度 (MPa)	10	250	330	330	330
	リーク量	1.0E-06	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8
	析出相	認められず	AlN	AlN	AlN	AlN

【0078】

【表4】

実験 No.		16	17	18	19	20
		実施例	実施例	比較例	実施例	実施例
接合した 基材	1	95%AlN	95%AlN	95%AlN	95%AlN	95%AlN
	2	95%AlN	95%AlN	95%AlN	95%AlN	95%AlN
接 合 剤	37CaO-19Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 44Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	80	90	100	-	-
	28CaO-26Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 46Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	60	-
	43CaO-5Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 52Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	-	60
	AlN骨材	20	10	0	40	40
熱 処 理	T1	1550°C, 2h	1550°C, 2h	1550°C, 2h	1450°C, 2h	1600°C, 1h
	T2	1700°C, 2h	1700°C, 2h	1700°C, 2h	1600°C, 1h	1750°C, 2h
	雰囲気	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)
	圧力 kgf/cm <sup>2</sup>	100	100	100	100	100
接 合 体 特 性	強度 (MPa)	280	240	120	330	320
	リーク量	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8
	析出相	AlN	AlN	認められず	AlN	AlN

【0079】実験番号11（比較例）では、基材の接合強度が極めて低く、リーク量も多い。実験番号12～17、19、20では、接合強度が高く、リーク量が少なく、装置の測定限界未満であった。

【0080】実験番号18では、AlN骨材を入れていないが、非常に強固な接合が形成されていることがわかる。しかし、本発明例の方が、接合強度がさらに著しく向上していた。

【0081】次に、リーク量を測定した各接合体について、

それぞれ、大気中で、50℃と700℃との間の熱サイクル試験（100サイクル）を実施した。この結果、本発明の実施例では、剥離やリーク量の低下は認められなかった。

【0082】また、リーク量を測定した実験番号13～16の各接合体を、450℃のNF<sub>3</sub>プラズマ中に24時間さらした。この後、前記のようにしてリーク量を測定したところ、リーク量の劣化は認められなかった。

【0083】実験番号15の接合体の接合界面近傍のセ

ラミックス組織を示す反射電子像写真を、図6に示す。写真の上側から順番に、95%AlN/界面相/95%AlNが並んでいる。95%AlN層においては、黒く見える窒化アルミニウム粒子の粒界に、イットリアを主成分とする粒界層が白く見えている。

【0084】界面層の厚さは、約5 $\mu$ mであった。この界面層の組成を分析した結果、窒化アルミニウムと判定された。塗布した粉末の粒径は最大32 $\mu$ mであったのに対して、界面層中にある窒化アルミニウム質粒子の粒径は約2ミクロンである。つまり、界面層中の窒化アルミニウム粒子は、再析出したものであることを示している。

【0085】実験番号12、13、14、16、17の接合体においても、上記と同様の微構造を観察した。

【0086】実験番号11においては、析出層は認められなかった。実験番号18においては、酸化物が接合界面から完全に排出されており、各基材の結晶相が隙間なく連続していることが判明した。

【0087】(実験3)実験1と同様にして、表5、表6に示す各実験番号の条件に従って、各接合体を製造し、実験1と同様の試験に供した。これらの結果を表5、6に示す。

【0088】

【表5】

実験 No.		21	22	23	24	25
		実施例	実施例	実施例	実施例	実施例
接合した 基材	1	95%AlN	95%AlN	95%AlN	95%AlN	99.9%AlN
	2	99.8%AlN	99.8%AlN	99.8%AlN	99.8%AlN	99.8%AlN
接 合 剤	37CaO-19Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 44Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	20	40	60	80	40
	28CaO-26Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 46Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	-	-
	43CaO-5Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 52Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	-	-
	AlN骨材	80	60	40	20	80
熱 処 理	T1	1550°C, 2h	1550°C, 2h	1550°C, 2h	1550°C, 2h	1550°C, 2h
	T2	1700°C, 2h	1700°C, 2h	1700°C, 2h	1700°C, 2h	1700°C, 2h
	雰囲気	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)
	圧力 kgf/cm <sup>2</sup>	50	50	50	50	50
接 合 体 特 性	強度 (MPa)	280	310	310	220	380
	リーク値	1.0E-08	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8
	析出相	AlN	AlN	AlN	AlN	AlN

【0089】

【表6】

実験 No.		26	27	28	29	30
		実施例	実施例	実施例	比較例	比較例
接合した 基材	1	99.9%AlN	99.9%AlN	99.9%AlN	95%AlN	95%AlN
	2	99.8%AlN	99.9%AlN	99.8%AlN	95%AlN	95%AlN
接 合 剤	37CaO-19Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 44Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	60	40	60	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 60	CaCO <sub>3</sub> 60
	28CaO-26Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 46Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	—	—	—	—	—
	43CaO-5Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 52Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	—	—	—	—	—
	AlN 骨材	40	60	40	40	40
熱 処 理	T1	1550℃, 2h	1400℃, 0.5h	1400℃, 0.5h	1550℃, 2h	1550℃, 2h
	T2	1700℃, 2h	1550℃, 0.5h	1550℃, 0.5h	1700℃, 2h	1700℃, 2h
	雰囲気	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)
	圧力 kgf/cm <sup>2</sup>	50	50	50	50	50
接 合 体 特 性	強度 (MPa)	390	440	420	0	0
	リーク量	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8	—	—
	析出相	AlN	AlN	AlN	—	—

【0090】実験番号21～24では、95%AlNと99.8%AlN（0.15重量%のイットリアを添加したもの）とを接合した。いずれも接合強度、リーク量共に良好であり、析出相はAlN相であった。この中でも、接合剤中のAlNの含有量を40～60重量%とすることによって、最も接合強度が向上することがわかった。

【0091】実験番号25、26では、99.9%AlNと99.8%AlNとを接合したが、実験番号22、23と比較しても一層接合強度が高くなっていた。実験番号27、28においては、99.9%AlN同士を接合した。これらの結果から判るように、基材中のAlNの純度が高くなると、一層接合強度が向上する傾向があり、特に99%以上の純度のAlNにおいてこの作用が著しい。

【0092】実験番号29、30においては、95%AlNの基材同士を接合するために、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> またはCaCO<sub>3</sub> をAlN粉末と混合した接合剤を使用した。しかし、基材は接合しなかった。これは、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> やCaCO<sub>3</sub> が、1550℃では熔融せず、融材として機能しなかったためと思われる。

【0093】次に、リーク量を測定した各接合体について、それぞれ、大気中で、50℃と700℃との間の熱サイクル試験（100サイクル）を実施した。この結果、本発明の実施例では、剥離やリーク量の低下は認められなかった。

【0094】また、リーク量を測定した実験番号21～28の各接合体を、450℃のNF<sub>3</sub> プラズマ中に24時間さらした。この後、前記のようにしてリーク量を測定したところ、リーク量の劣化は認められなかった。

【0095】実験番号23の接合体の接合界面近傍のセ

ラミックス組織を示す反射電子像写真を、図7に示す。上側から順番に、95%AlN／界面相／99.8%AlNが並んでいる。界面相の厚さは、約4ミクロンであった。

【0096】この界面層の組成を分析した結果、窒化アルミニウムと判定された。塗布した粉末の粒径は最大32μmであったのに対して、界面層中にある窒化アルミニウム質粒子の粒径は約2ミクロンである。つまり、界面層中の窒化アルミニウム粒子は、再析出したものであることを示している。やはり界面に酸化物は認められない。

【0097】（実験4：保護管付きヒーターの試作）図3、図4に示す接合体を試作した。具体的には、モリブデン製のコイル状のヒーターと、モリブデン製のメッシュ（高周波プラズマ電極）とが埋設されている窒化アルミニウム製の円板（サセプター）6を、窒化アルミニウム製のパイプ（保持具）8に対して接合することを試みた。保持具8の寸法は、外径60mm、内径52mm、長さ210mmであった。保持具8は、AlNの純度が95%である常圧焼結品である。

【0098】接合炉には、カーボン炉材を使用したホットプレス炉を用いた。加熱は、1.5atmの窒素雰囲気中で行った。サセプター6と保持具8とを接触させ、1000℃/時間～100℃/時間の速度で昇温させ、1550℃で1時間保持し、引き続いて1700℃で2時間保持した。1700℃で2時間保持した後は、炉内で室温まで放冷させた。試料が1300℃以上に加熱されている間、接合面を油圧プレスにより圧力6.0kgf/cm<sup>2</sup>で加圧し続けた。

【0099】接合体を炉から取り出した後、実験1と同様にしてリーク試験を行ったところ、リーク量は1.0

$\times 10^{-8}$  リットル/秒未満であった。

【0100】次いで、サセプター中に埋設されているモリブデン製のコイルとモリブデン製のメッシュとに対して、電極リードを取り付けた。コイルを通电加熱して、約25℃/分の速度で30回の昇降温（熱サイクル）を繰り返したが、変形やクラックは認められなかった。また、この熱サイクル後に、再度ヘリウムのリーク試験を行ったが、リーク量は、 $1.0 \times 10^{-8}$  リットル/秒未満を維持していた。

【0101】（実験5）実験1と同様にして、表7、表8に示す各実験番号の条件に従って、各接合体を製造し、実験1と同様の試験に供した。ただし、X、Y、Zの化合物の種類、各化合物の融材中における割合（mol%）、融材と窒化アルミニウム骨材との重量比率（重量部）を、表7、8に示すように変更した。これらの結果を表7、8に示す。

【0102】

【表7】

実験 No.		31	32	33	34	35
		実施例	実施例	実施例	実施例	実施例
接合した 基材	1	99.9%AlN	95%AlN	95%AlN	95%AlN	95%AlN
	2	99.9%AlN	99.9%AlN	95%AlN	99.9%AlN	99.9%AlN
融剤の組成 mol %	X	Li <sub>2</sub> O : 49			BaO 56	CaO 56
	Y	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 26			Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 7	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 7
	Z	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 25			Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 37	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 37
融剤の量（重量部）		60			50	50
骨材の量（重量部）		40			50	50
熱 処 理	T1	1500℃, 2h	1550℃, 2h	1550℃, 2h	1500℃, 2h	1550℃, 2h
	T2	1620℃, 1h	1650℃, 2h	1650℃, 2h	1650℃, 2h	1650℃, 1h
	雰囲気	N <sub>2</sub> (1.8atm)	N <sub>2</sub> (2.3atm)	N <sub>2</sub> (2.3atm)	N <sub>2</sub> (1.8atm)	N <sub>2</sub> (2.3atm)
	圧力	40 kgf/cm <sup>2</sup>				
接 合 体 特 性	強度 (MPa)	350	210	130	290	220
	リーク量	1.0E-08	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8
	析出相	AlN	AlN	AlN	AlN	AlN

【0103】

【表8】

実験 No.		36	37	38	39
		実施例	実施例	実施例	実施例
接合した 基材	1	95%AlN	95%AlN	95%AlN	95%AlN
	2	99.9%AlN	99.9%AlN	99.9%AlN	99.9%AlN
融剤の組成 mol %	X	CaF <sub>2</sub> 56	CaO 56	CaO 54	BaO 56
	Y	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 7	Y <sub>2</sub> F <sub>6</sub> 7	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 10	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 7
	Z	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 37	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 36	Al <sub>2</sub> F <sub>3</sub> 36	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 20 Al <sub>2</sub> F <sub>3</sub> 17
融剤の量(重量部)		50	40		40
骨材の量(重量部)		50	60		60
熱 処 理	T1	1550°C, 2h	1550°C, 1h	1550°C, 1h	1550°C, 1h
	T2	1650°C, 1h	1700°C, 2h	1700°C, 2h	1700°C, 2h
	雰囲気	N <sub>2</sub> (2.3atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)
	圧力	40kgf/cm <sup>2</sup>			
接 合 体 特 性	強度(MPa)	170	130	150	250
	リーク量	1.0E-08	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8
	析出相	AlN	AlN	AlN	AlN

【0104】実験番号31～39のいずれにおいても、接合強度、リーク量共に良好であり、析出相はAlN相であった。すなわち、(Li、Ba、Ca)－(Y、La)－Al系の金属元素の組み合わせにおいて、酸化物、フッ化物のいずれを利用して良好な結果が得られた。

【0105】次に、実験番号31～39の各接合体について、それぞれ、大気中で、50℃と700℃との間の熱サイクル試験(100サイクル)を実施した。この結果、いずれの実施例でも、剥離やリーク量の低下は認められなかった。

【0106】また、実験番号31～39の各接合体を、450℃のNF<sub>3</sub>プラズマ中に24時間さらした。この後、前記のようにしてリーク量を測定したところ、リーク量の劣化は認められなかった。

【0107】

【発明の効果】以上述べたように、本発明によれば、窒化アルミニウム質セラミックスからなる基材同士を接合するのに際して、両者の接合界面に実質的に窒化アルミニウム質セラミックス相以外の相を介在させることなく接合できるようにするための新しい方法を提供することである。また、比較的に低い温度で強固に接合できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】(a)は、基材1と2とを接合する前の状態を示す正面図であり、(b)は、基材1と2との界面付近で接合剤を溶融させた状態を示す正面図である。

【図2】(a)は、基材1と2との間で接合剤を溶融させた状態を示す断面図であり、(b)は、基材1、2の接合界面の近傍が溶融した状態を示す断面図である。

【図3】サセプター6と管状の保持具8とを接合することによって作成した、サセプターの保持構造を示す一部断面図である。

【図4】図3の保持構造を示す平面図である。

【図5】実験番号5の接合体の接合界面近傍のセラミックス組織の反射電子像写真である。

【図6】実験番号15の接合体の接合界面近傍のセラミックス組織を示す反射電子像写真である。

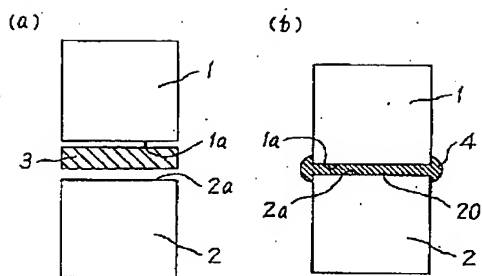
【図7】実験番号23の接合体の接合界面近傍のセラミックス組織を示す反射電子像写真である。

【符号の説明】

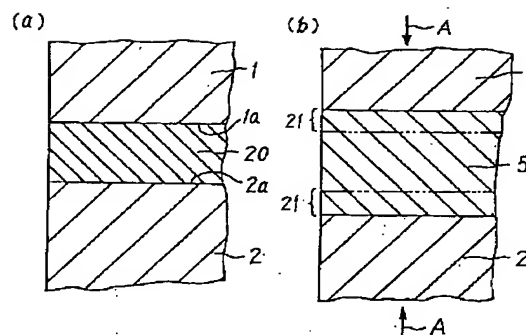
1、2 基材、1a、2a 基材の接合面、3 接合剤、6 サセプター、8 保持具、9 保持具8の内部空間、10、11 ケーブル、12抵抗発熱体の端子、13 電極の端子、20 溶融した接合剤、21 液状になった基材の界面近傍



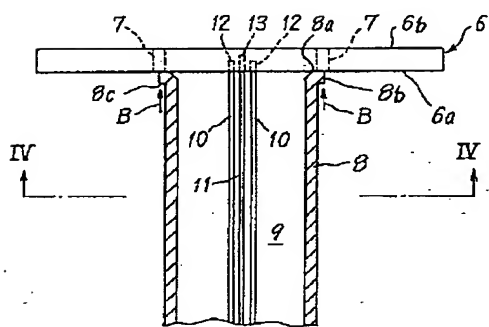
【図1】



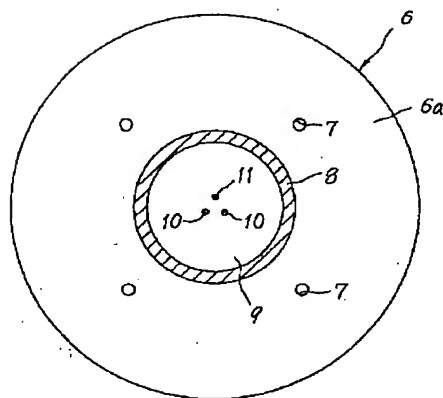
【図2】



【図3】

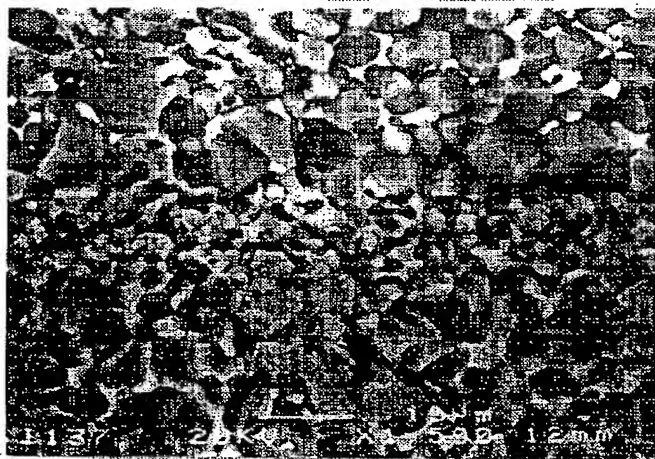


【図4】



【図5】

図面代用写真



【図6】

図面代用写真



【図7】

図面代用写真



JAPANESE

[JP,10-273370,A]

---

CLAIMS DETAILED DESCRIPTION TECHNICAL FIELD PRIOR ART EFFECT OF THE  
INVENTION TECHNICAL PROBLEM MEANS EXAMPLE DESCRIPTION OF DRAWINGS  
DRAWINGS

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

## CLAIMS

---

### [Claim(s)]

[Claim 1] A zygote of a nature base material of alumimium nitride characterized by a re-deposit phase which consists of nature ceramics of alumimium nitride which is the zygote of two or more base materials which consist of nature ceramics of alumimium nitride, and re-deposited out of the liquid phase in a cementation interface of said base material generating.

[Claim 2] A zygote of a nature base material of alumimium nitride according to claim 1 characterized by mean particle diameter of a nature of alumimium nitride ceramic particle which exists in said re-deposit phase being 1 micrometers or more and 3.0 micrometers or less.

[Claim 3] The manufacture method of the zygote of the nature of alumimium nitride ceramic base material which is the method of manufacturing a zygote of two or more base materials which consist of nature ceramics of alumimium nitride, prepares cement which contains nature ceramics of alumimium nitride, and \*\* material at least between said base materials, is made to carry out eutectic of said nature ceramics of alumimium nitride and said \*\* material by heat treatment, and is characterized by to re-deposit a re-deposit phase which consists of nature ceramics of alumimium nitride subsequently to a cementation interface of said base material.

[Claim 4] A manufacture method of a zygote of a nature of alumimium nitride ceramic base material according to claim 3 which heats said cement in a temperature requirement T1 more than the melting point of said \*\* material, heats until a component of said \*\* material is discharged from an interface in a temperature requirement T2 higher subsequently than said temperature requirement T1, and is characterized by subsequently depositing said re-deposit phase.

[Claim 5] It is the method of manufacturing a zygote of two or more base materials which consist of nature ceramics of alumimium nitride. Between said base materials Cement which contains nature ceramics of alumimium nitride and \*\* material at least is prepared. Heat said cement in a temperature requirement T1 more than the melting point of said \*\* material, and it heats until a component of said \*\* material is discharged from an interface in a temperature requirement T2 higher subsequently than said temperature requirement T1. Subsequently, a manufacture method of a zygote of a nature of alumimium nitride ceramic base material characterized by depositing said re-deposit phase.

[Claim 6] A manufacture method of a zygote of a nature base material of alumimium nitride according to claim 5 characterized by the melting points of said \*\* material being 1300 degrees C or more and 1500 degrees C or less.

[Claim 7] a presentation of said \*\* material -- CaO:25-45 % of the weight and Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 5 - 30 % of the weight, and the remainder aluminum 2O<sub>3</sub> it is -- a manufacture method of a zygote of a nature base material of alumimium nitride according to claim 6 characterized by heating said cement in a temperature requirement which is 1400 degrees C - 1650 degrees C, and heating until a component of said \*\* material is subsequently discharged from an interface in a 1650 degrees C - 1800 degrees C temperature requirement.

[Claim 8] Said cement is CaO:25-45 % of the weight and Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 5 - 30 % of the weight, and the remainder aluminum 2O<sub>3</sub> A manufacture method of a zygote of a nature base material of alumimium nitride according to claim 5 which contains \*\* material and nature ceramics of alumimium nitride which consist of a presentation, and is characterized by contents of nature ceramics of alumimium nitride being 10 % of the weight or more and 90 % of the weight or less.

[Claim 9] A manufacture method of a zygote of a nature base material of alumimium nitride according to claim 5 or 6 characterized by a presentation of said \*\* material being a X-Y-Z system presentation. (X is the compound of a metallic element more than a kind chosen from a group which consists of alkali metals and an alkaline-earth-metal element, Y is the compound of rare earth elements, Z is the compound of aluminum, the percentage of said metallic element which constitutes X among all metallic elements that constitute said \*\* material is 25-50-mol%, the percentage of rare earth elements which constitute Y is 5-30-mol%, and the remainder is aluminum.)

[Claim 10] When said cement is heated in a temperature requirement T<sub>1</sub> more than the melting point of said \*\* material At least one side of an oxide of said metallic element and a fluoride which constitute X in an eutectic object of said \*\* material and said nature ceramics of alumimium nitride, A manufacture method of a zygote of a nature base material of alumimium nitride according to claim 9 characterized by at least at least one side of an oxide of said rare earth elements and a fluoride and one side of an oxide of aluminum and a fluoride containing.

[Claim 11] A manufacture method of a zygote of a nature base material of alumimium nitride according to claim 9 characterized by contents of nature ceramics of alumimium nitride being 10 % of the weight or more and 90 % of the weight or less in said cement.

[Claim 12] It is cement used in order to join two or more base materials which consist of nature ceramics of alumimium nitride, and is CaO:25-45 % of the weight and Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 5 - 30 % of the weight, and the remainder aluminum 2O<sub>3</sub> Cement which contains \*\* material and nature ceramics of alumimium nitride which consist of a presentation, and is characterized by contents of nature ceramics of alumimium nitride being 10 % of the weight or more and 90 % of the weight or less.

[Claim 13] Cement characterized by being cement used in order to join two or more base materials which consist of nature ceramics of alumimium nitride, and for said cement containing \*\* material and nature ceramics of alumimium nitride, for a presentation of said \*\* material being a X-Y-Z system presentation, and contents of nature ceramics of alumimium nitride in said cement being 10 % of the weight or more and 90 % of the weight or less. (X is the compound of a metallic element more than a kind chosen from a group which consists of alkali metals and an alkaline-earth-metal element, Y is the compound of rare earth elements, Z is the compound of aluminum, the percentage of said metallic element which constitutes X among all metallic elements that constitute said \*\* material is 25-50-mol%, the percentage of rare earth elements which constitute

Y is 5-30-mol%, and the remainder is aluminum.)

[Claim 14] Cement according to claim 13 characterized by including an aforementioned oxide or an aforementioned fluoride whose vapor pressure [ in / in at least one side of X and Y / 1650 degrees C - 1800 degrees C ] is 0.001-1000Pa.

---

[Translation done.]

JAPANESE

[JP,10-273370,A]

---

CLAIMS DETAILED DESCRIPTION TECHNICAL FIELD PRIOR ART EFFECT OF THE  
INVENTION TECHNICAL PROBLEM MEANS EXAMPLE DESCRIPTION OF DRAWINGS  
DRAWINGS

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[The technical field to which invention belongs] This invention relates to the cement which can be used suitable for the zygote of the base material which consists of nature ceramics of alumimium nitride, the cementation method, and this.

[0002]

[Description of the Prior Art] In semiconductor devices, such as an etching system and chemical vapor growth equipment, the so-called stainless steel heater and the heater of an indirect heating method were common. However, when these heat sources were used, particle might occur according to an operation of halogen system corrosive gas, and thermal efficiency was bad. In order to solve such a problem, these people indicated the ceramic heater which laid under the interior of a substantia-compacta ceramic base material the wire which consists of a refractory metal (JP,3-261131,A). This wire is spirally wound inside the disc-like base material, and connects a terminal to the ends of the wire of a parenthesis. It turned out that especially such a ceramic heater has the property which was excellent as an object for semiconductor manufacture.

[0003] As ceramics which constitutes the base of a ceramic heater, it is thought that nitride system ceramics, such as silicon nitride, alumimium nitride, and sialon, is desirable. Moreover, a susceptor may be installed on a ceramic heater, a semiconductor wafer may be installed on this susceptor, and a semiconductor wafer may be heated. These people indicated that alumimium nitride was desirable as such a ceramic heater and a base material of a susceptor (JP,5-101871,A). especially -- semiconductor fabrication machines and equipment -- setting -- as etching gas or cleaning gas -- ClF<sub>3</sub> etc. -- although halogen system corrosive gas is used abundantly, it is a corrosion-resistant point over these halogen system corrosive gas, and is because it was checked that alumimium nitride has very advanced corrosion resistance. On the other hand, since the ceramics is difficult to process it, the ceramics of a simple configuration is joined mutually and the research for obtaining the components of a complicated configuration is continued.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, generally the third phase from which coefficient of thermal expansion and a mechanical property differ is formed in the cementation interface of ceramics. Generally this third layer had the problem of being easy to destroy to the



thermal stress accompanying heating cooling, and various mechanical stress. Especially, as compared with the silicon nitride ceramics etc., since toughness was low, the nature ceramics of alumimium nitride of the effect of the third layer was serious.

[0005] moreover, the compound which contains silicon as a principal component and the third phase which remains in a cementation interface with glass when the nature ceramics of alumimium nitride is joined -- NF<sub>3</sub> ClF<sub>3</sub> etc. -- it is selectively corroded by the plasma of halogen system corrosive gas. Such a zygote was not bearing the activity under corrosive environment called semiconductor fabrication machines and equipment.

[0006] Moreover, it considers as the method of joining directly the base materials which consist of an alumimium nitride sintered compact, a base material is heated at 1800 degrees C - 1900 degrees C in JP,2-124778,A, and it is unifying by diffused junction. However, in order to join an alumimium nitride sintered compact by such diffused-junction method, it is an elevated temperature with 1800-1900 degrees C comparable as the sintering temperature of the sintered compact of a basis required [ an extraordinary elevated temperature ]. For this reason, in a cementation process, it deteriorates or is easy to transform a base material. Moreover, only the zygote of the low reinforcement of about 60 or less MPas is obtained.

[0007] According to JP,8-13280,A, the zygote of an alumimium nitride sintered compact with comparatively high reinforcement is indicated. However, also in this method, an elevated temperature comparable as the sintering temperature of the alumimium nitride sintered compact which is the base material of a basis too is needed. Moreover, although the ultra-precision machining for setting the relative roughness and flatness of a plane of composition of a base material to 0.2 micrometers or less is needed, such processing causes [ of a manufacturing cost ] lifting.

[0008] The technical problem of this invention is offering the new method for enabling it to join on the occasion of joining the base materials which consist of nature ceramics of alumimium nitride, without making the third phase other than a nature of alumimium nitride ceramic phase substantially placed between both cementation interfaces. Moreover, it is enabling it to join firmly at a temperature low in comparison.

[0009]

[Means for Solving the Problem] This invention is the zygote of two or more base materials which consist of nature ceramics of alumimium nitride, and relates to a zygote of a nature base material of alumimium nitride characterized by a re-deposit phase which consists of nature ceramics of alumimium nitride which re-deposited out of the liquid phase in a cementation interface of a base material generating.

[0010] Moreover, this invention is the method of manufacturing a zygote of two or more base materials which consist of nature ceramics of alumimium nitride, it prepares cement which contains nature ceramics of alumimium nitride, and \*\* material at least between base materials, carries out eutectic of quality of alumimium nitride, and the \*\* material by heat treatment, and is characterized by re-depositing a re-deposit phase which consists of nature ceramics of alumimium nitride subsequently to a cementation interface of a base material.

[0011] This invention is the method of manufacturing a zygote of two or more base materials which consist of nature ceramics of alumimium nitride. Moreover, between base materials Cement

which contains nature ceramics of alumimium nitride and \*\* material at least is prepared. Cement is heated in the temperature requirement T1 more than the melting point of \*\*\*\*, it heats until a component of \*\* material is discharged from an interface in the temperature requirement T2 higher subsequently than a temperature requirement T1, and it is characterized by subsequently depositing a re-deposit phase.

[0012] Moreover, this invention is cement used in order to join two or more base materials which consist of nature ceramics of alumimium nitride, and is CaO:25-45 % of the weight and Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 5 - 30 % of the weight, and the remainder aluminum 2O<sub>3</sub> \*\* material and nature ceramics of alumimium nitride which consist of a presentation are contained, and it is characterized by contents of nature ceramics of alumimium nitride being 10 % of the weight or more and 90 % of the weight or less.

[0013] Moreover, this invention is cement used in order to join two or more base materials which consist of nature ceramics of alumimium nitride, and cement contains \*\* material and nature ceramics of alumimium nitride, a presentation of \*\* material is a X-Y-Z system presentation, and it relates to cement characterized by contents of nature ceramics of alumimium nitride in cement being 10 % of the weight or more and 90 % of the weight or less. (X is the compound of a metallic element more than a kind chosen from a group which consists of alkali metals and an alkaline-earth-metal element, Y is the compound of rare earth elements, Z is the compound of aluminum, the percentage of a metallic element which constitutes X among all metallic elements that constitute \*\* material is 25-50-mol%, the percentage of rare earth elements which constitute Y is 5-30-mol%, and the remainder is aluminum.)

[0014] A zygote and a cementation method of this invention are further explained to details, referring to a drawing suitably. Additives, such as various sintering acid and a coloring agent, may be made to contain in nature ceramics of alumimium nitride which constitutes a base material. Plane-of-composition 1a of a base material and plane-of-composition 2a of a base material 2 are made to counter, as typically shown in drawing 1 (a). Predetermined cement 3 is made to intervene among planes of composition 1a and 2a at this time.

[0015] Under the present circumstances, this invention person hit on an idea of making nature ceramics of alumimium nitride, and \*\* material contain at least in cement 3. Since it is necessary to fuse this \*\* material at a temperature lower than sintering temperature of base materials 1 and 2 and it does not produce deterioration by heat especially to the base materials 1 and 2, what has the melting point of 1500 degrees C or less is desirable.

[0016] this invention person heated base materials 1 and 2 and cement 3 above melting temperature of \*\* material in cement 3. By this, as shown in drawing 1 (b), melting of the cement is carried out. A front face with base materials 1 and 2 is wet, it moves, and some fused cement 20 makes an expansion portion like 4.

[0017] Here, in early stages of melting of \*\* material, as shown in drawing 2 (a), melt 20 is among planes of composition 1a and 2a, but if it holds in a temperature requirement more than the melting point of \*\* material, it will become liquefied near [ 21 ] the interface of the base materials 1 and 2 which touch the fused cement 20. For example, when \*\* material which consists of an oxide of a calcium-aluminum-O eutectic presentation or a Y-calcium-aluminum-O eutectic presentation is used, melting of \*\* material starts 1415 degrees C or near 1375 degree C, and subsequently, a

plane of composition of base materials 1 and 2 contacts this melt, and is considered to liquefy.

[0018] And it is thought according to making nature ceramics of alumimium nitride intermingled in cement that this fuses in \*\* material.

[0019] Nature ceramics of alumimium nitride goes through a sintering process called the so-called liquid phase sintering. That is, once an alumimium nitride particle liquefies, it goes through a process of solidifying by cooling process.

[0020] However, in case a usual base material like base materials 1 and 2 is manufactured, powder of quality of alumimium nitride is mixed, and 5 or less % of the weight of sintering acid is usually added and heated. In this case, it fuses near the front face of a nature particle of alumimium nitride, and mass transfer arises along a front face of a particle, and adjoining particles mainly join by melt which moved. Consequently, a countless particle is combined firmly mutually and a frame of ceramics generates.

[0021] On the other hand, when cement 3 is heated and the melt phase 5 is made to generate among base materials 1 and 2, near the interface of cement and base materials 1 and 2 which were fused, an alumimium nitride particle liquefies, diffusion into a base material of a component of \*\* material takes place through this liquid phase, and it is thought that a presentation of that portion changes.

[0022] However, in this invention, in melt 5, an aggregate particle of nature ceramics of alumimium nitride fuses mostly with this, and it is thought that it has disappeared mostly. This is because there are many amounts of \*\* material inside melt 5.

[0023] In addition, since it begins to melt into melting cement preferentially from a part for a height in the planes of composition 1a and 2a of base materials 1 and 2 when an alumimium nitride particle begins to melt into the liquid phase, a cementation interface carries out flattening. Then, if it cools without carrying out the following heating process, a component of cement deposits in a grain boundary of an alumimium nitride particle.

[0024] In a melting process (the first process) of \*\*\*\*, although heating temperature is carried out to more than melting temperature of \*\* material, it carries out to below temperature from which blowdown of cement mentioned later arises substantially, and it is desirable in this phase to avoid blowdown of cement.

[0025] Subsequently, it came to continue, without having discharged fused \*\* material from between base materials substantially, and each base material making the third phase intervene, when temperature was raised rather than it was able to set at the first process.

[0026] And it became clear that alumimium nitride which was being fused mostly re-deposited by cooling process, and a deposit phase generated in \*\* material. And without making the third phase other than alumimium nitride \*\*\*\* intervene through a deposit phase of nature ceramics of alumimium nitride which re-deposited out of this \*\* material, a base material 1 and a base material 2 discovered being joined firmly directly, and completed this invention.

[0027] This device is similar with a device which sintering acid, such as an yttrium, is discharged out of this particle, and is further discharged toward the exterior from the interior of a sintered compact, when alumimium nitride solidifies from the liquid phase and an alumimium nitride particle deposits. However, this process happens near the front face of an alumimium nitride particle, as described above.

[0028] Bonding strength high in any case is obtained without this invention asking a class of nature ceramics of alumimium nitride which constitutes a base material. And in a process of melting of \*\* material, since mutual diffusion of an alumimium nitride particle became easy, cementation became possible at a temperature lower than solid state welding.

[0029] This invention is [ as opposed to / especially / nature ceramics of alumimium nitride which has 95% or more of relative density ] suitable. Moreover, it is suitable also when at least one side of a base material is a burned product by hotpress sintering or hot isostatic press sintering process.

[0030] In the first process to which melting of the \*\*\*\* is carried out, and the second process which makes \*\* material discharge, although holding to constant temperature, respectively is desirable within each temperature requirement T1 and T2, a temperature rise and a temperature reduction may be performed within each temperature requirement T1 and T2, respectively.

[0031] Moreover, as for a temperature requirement in the first process, it is desirable to consider as 1400 degrees C or more, in order to carry out melting of the cement certainly, and in order to promote liquefaction of an alumimium nitride particle in an interface with cement, it is much more desirable [ a temperature requirement ] to consider as 1450 degrees C or more. Moreover, in order to control blowdown of cement since diffusion thru/or extraction into a base material of cement stops being able to happen easily if blowdown of cement advances in the first process, it is desirable to consider as 1650 degrees C or less.

[0032] In order to promote blowdown of cement, as for a temperature requirement in the second process, it is desirable to consider as 1650 degrees C or more. Moreover, in order to prevent deformation of a base material of quality of alumimium nitride, deterioration, etc., it is desirable to consider as 1800 degrees C or less.

[0033] Heating time in the first process and heating time in the second process can be suitably chosen, although considering as 10 or less hours is desirable more than for 30 minutes respectively.

[0034] if an ambient atmosphere in the first process and the second process is a non-oxidizing atmosphere -- N<sub>2</sub> etc. -- an inert gas ambient atmosphere is sufficient and a vacuum is sufficient. However, in the second process, in a vacuum, although it was [ some ], since decomposition of alumimium nitride was accepted, especially nitrogen-gas-atmosphere mind is desirable.

[0035] It is desirable to pressurize at the time of cementation, as an arrow head A shows to drawing 2 (b), when raising bonding strength further. An effect of application of pressure is 5kg/cm<sup>2</sup> substantially. It appears by pressure. a maximum -- 500kg/cm<sup>2</sup> it is -- if a pressure exceeding this is applied, it will become easy to generate deformation and a crack in a base material. Moreover, if it pressurizes at low temperature, a base material may break. Therefore, it is desirable to apply a pressure above temperature which \*\* material dissolves.

[0036] Although a presentation of \*\*\*\* was not limited, a system containing an yttrium was desirable and especially the blowdown effect of \*\* material was remarkable in this case. From this viewpoint, especially a Y-calcium-aluminum-O eutectic presentation is desirable, and it is CaO:25-45 % of the weight (still more preferably 25 - 40 % of the weight), and Y<sub>2</sub> O<sub>3</sub> : 5 - 30 % of the weight (still more preferably 15 - 30 % of the weight), and the remainder aluminum 2O<sub>3</sub> Especially a system is desirable. Also in this, it is 37CaO-19Y<sub>2</sub> O<sub>3</sub>-44aluminum 2O<sub>3</sub>. Eutectic presentation

(melting point of 1375 degrees C), and 28CaO-26Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-46aluminum 2O<sub>3</sub> Eutectic presentation (melting point of 1395 degrees C), and 43CaO-5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-52aluminum 2O<sub>3</sub> Especially a presentation (melting point of 1500 degrees C) is desirable.

[0037] As \*\*\*\*, an oxide of other presentation systems can also be used suitably. However, in nature ceramics of alumimium nitride, since blowdown of \*\* material advances and it is hard to produce extraction into alumimium nitride of \*\* material at temperature exceeding 1650 degrees C, it is desirable that the melting point of \*\* material is 1650 degrees C or less, and it is much more desirable that it is 1600 degrees C or less. In addition, in the above, the melting point of cement points out temperature which the liquid phase begins to generate.

[0038] Moreover, nature ceramics of alumimium nitride is made to contain at least in cement. Under the present circumstances, when the whole cement is made into 100 % of the weight, as for a content ratio of nature ceramics of alumimium nitride, it is desirable to consider as 10 % of the weight or more, and a re-deposit of quality of alumimium nitride becomes easy to produce it by this. It is much more desirable to consider as 40 % of the weight or more from this viewpoint.

[0039] Moreover, it is desirable to consider as 90 or less % of the weight, and melting of nature ceramics of alumimium nitride tends to advance by this. However, although it is thought that this whole does not fuse when nature ceramics of alumimium nitride occupies 90% of the weight of cement, melting of a nature of alumimium nitride ceramic particle advances even in such a case, and a re-deposit of a nature of alumimium nitride ceramic particle is eventually seen in cement.

[0040] However, in order to advance melting of nature ceramics of alumimium nitride further, to make particle size of a particle which re-deposits into homogeneity small and to raise reinforcement for a joint, it is desirable to make a ratio of nature ceramics of alumimium nitride in cement into 80 or less % of the weight.

[0041] A form of a compound is sufficient as \*\*\*\* and mixture of each component is sufficient as it. Moreover, a gestalt of cement is not limited, either. For example, although it is desirable to consider as mixed powder of powder of \*\* material and powder of nature ceramics of alumimium nitride, it can also consider as temporary-quenching powder of powder of \*\* material, and powder of nature ceramics of alumimium nitride. Furthermore, it can consider as a foil and sheet metal of a temporary-quenching object of \*\* material and nature ceramics of alumimium nitride.

[0042] \*\* material of the above-mentioned X-Y-Z presentation system is especially desirable. Here, rare earth elements say 17 elements of a scandium, an yttrium, a lanthanum, a cerium, a praseodymium, neodymium, a promethium, samarium, europium, GADORIUMU, a terbium, a dysprosium, a holmium, an erbium, a thulium, an ytterbium, and a lutetium. In this, especially the blowdown effect of \*\* material has an yttrium, a lanthanum, a cerium, neodymium, and a high ytterbium, an yttrium and an ytterbium are much more desirable, and an yttrium is the most desirable.

[0043] Especially as a metallic element which constitutes X, a lithium, calcium, strontium, and barium are desirable.

[0044] As each compound of X, Y, and Z, an oxide or a fluoride is specifically desirable. Although compounds other than an oxide or a fluoride can also be used, when \*\* material fuses, a compound which generates an oxide or a fluoride is desirable in this case. There are a carbonate, a nitrate, an oxalate, phosphate, etc. as such a compound.

[0045] In the above, although suitable presentations of \*\* material were enumerated, \*\* material contains the following.

(1) Mixture which consists of X compound, a Y compound, and a Z compound. In this case, the oxide, a fluoride, a carbonate, a nitrate, an oxalate, phosphate, etc. can be used as X compound, Y compound, and a Z compound, respectively.

(2) A compound containing all components of X, Y, and Z. For example, an oxide of a metal which constitutes X, an oxide of a metal which constitutes Y, and an oxide of a metal which constitutes Z can be mixed, mixture can be obtained, and a multiple oxide or glass can be obtained for this mixture temporary quenching or by calcinating. This multiple oxide or glass can be used as \*\* material.

[0046] Moreover, it is desirable that at least one side of X component and Y component contains an oxide or a fluoride whose vapor pressure in 1650 degrees C - 1800 degrees C is 0.001-1000Pa among \*\* material. Specifically as such an oxide or a fluoride, it is  $\text{Li}_2\text{O}$ , and  $\text{MgO}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{SrO}$ ,  $\text{BaO}$  and  $\text{SrF}_2$ . It is.

[0047] In this invention, a re-deposit phase of a particle of nature ceramics of alumimium nitride generates to a cementation interface of a base material. This is formed of a deposit of alumimium nitride once dissolved in melt of \*\* material. Usually, mean particle diameter of an alumimium nitride particle in a cementation interface of a base material is small, and it is 3.0 micrometers or less, and in accordance with a cementation interface of a base material, a fine deposit particle from such the liquid phase makes the shape of a layer, and exists. Since all or most portion of alumimium nitride once dissolves and re-deposits in \*\* material, when growth of an alumimium nitride particle is not yet advancing compared with a base material etc., it is thought that a fine particle generates.

[0048] According to such a microstructure, bonding strength near the cementation interface of a base material and airtightness improve extremely, and there is the remarkable feature that reinforcement of a cementation interface of a base material becomes higher than reinforcement of other portions. Moreover, most residuals of \*\* material are not looked at by this cementation interface, and the third remarkable phase is not checked.

[0049] Drawing 3 is the cross section showing maintenance structure of a susceptor for semiconductor fabrication machines and equipment, and drawing 4 is the IV-IV line cross section of drawing 3. A susceptor 6 is carrying out for example, a disc configuration, and can install a semiconductor wafer now in this surface 6b. End-face 8a of the cylindrical shape-like holder 8 is joined to rear-face 6a of a susceptor 6. A susceptor 6 and a holder 8 are all the nature ceramics of alumimium nitride, and join both according to this invention. 7 is a breakthrough for inserting in a lift pin. In case flange 8b is formed near end-face 8a of a holder 8 and it joins preferably according to this invention, a pressure can be applied like an arrow head B to surface 8c of flange 8b.

[0050] Especially a function and structure of a susceptor 6 can illustrate an arrangement of electrode for RF generating which laid an electrode for plasma generating underground into a ceramic electrostatic chuck which laid an electrode for electrostatic chucks underground into a ceramic heater which was not limited, for example, laid a resistance heating element underground into a base material, and a base material, a heater with an electrostatic chuck which laid a resistance heating element and an electrode for electrostatic chucks underground into a base

material, and a base material.

[0051] For example, in equipment shown in drawing 3 and drawing 4, a resistance heating element (not shown) is laid underground into a susceptor 6, and a cable 10 is connected to the terminal 12 of a resistance heating element. Moreover, an electrode (not shown) of a plate configuration which functions as an electrode for plasma generating or an electrostatic chuck electrode is laid underground into a susceptor 6, and a cable 11 is connected to the terminal 13 of this electrode. These cables 10 and 11 and terminals 12 and 13 are held by each in the building envelope 9 of a holder 8, and do not contact directly to corrosive gas in a chamber of semiconductor fabrication machines and equipment, or its plasma.

[0052] Furthermore, this invention can be used in order to join a lift pin for supporting a dome for generating a tube for generating a susceptor for installing a semiconductor wafer, a dummy wafer, a shadow ring, and RF plasma, and RF plasma, a RF transparency aperture, an infrared transparency aperture, and a semiconductor wafer, a shower board, etc. to other members.

[0053]

[Example] Hereafter, a still more concrete experimental result is described.

(Experiment 1) Each experiment shown in a table 1 and a table 2 was conducted, the zygote was produced, and various properties were evaluated about the obtained zygote.

[0054] However, it is 5% of the weight of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> as "95%AlN" which is the joined base material 1. It is the sintered compact which sintered and obtained the mixed powder of powder and 95% of the weight of aluminum nitride powder. "99.9%AlN" which is a base material 2 is the sintered compact which sintered and obtained the aluminum nitride powder which does not contain an additive. The size of each base material is 20mmx20mmx10mm.

[0055] The mixed powder which, on the other hand, prepared as "cement" the powder of the oxide of each presentation shown in a table 1 and the powder of the AlN aggregate, mixed, and was obtained was used. Here, the hysteresis of each powder is as follows.

[0056] (37CaO-19Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-44aluminum 2O<sub>3</sub>) CaO of a special grade chemical, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, and aluminum 2O<sub>3</sub> It is 37CaO(s)-19Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-44aluminum 2O<sub>3</sub> at weight %. After having mixed so that it might become, and dissolving at 1600 degrees C in atmospheric air, it dropped underwater, and subsequently the ball mill ground until it passed along the 32-micron screen.

[0057] (28CaO-26Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-46aluminum 2O<sub>3</sub> and 43CaO-5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-52aluminum 2O<sub>3</sub>) CaO of a special grade chemical, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, and aluminum 2O<sub>3</sub> It mixed so that it might become each presentation ratio by weight %, and it ground until it passed along the -32-micron screen by the mortar.

[0058] (AlN aggregate) The aluminum nitride powder of 99.9% of purity was fabricated to the pellet type, and among nitrogen, it sintered until relative density became 98% or more at 1900 degrees C. This sintered compact was cracked, and the ball mill ground until it passed along the 32-micron screen.

[0059] The mixed ratio of the mixed powder of oxide powder and the AlN aggregate was displayed on a table 1 and a table 2 in "% of the weight" of the unit.

[0060] The grinding process of the plane of composition of each base material was carried out so that surface roughness Ra might be set to 0.2 micrometers - 2 micrometers. It is cement (mixed powder) of each presentation shown in a table 1 and a table 2 to the plane of composition of each



base material 2 - 200 mg/cm<sup>2</sup> It applied at a rate.

[0061] The cementation conditions in each experiment are as being shown in a table 1 and a table 2. The hydraulic press was used on the occasion of application of pressure. It pressurizes in the one shaft of the directions vertical to a plane of composition throughout heating, and applying the predetermined pressure shown in tables 1 and 2 was continued. Rising-and-falling-temperature speed was made into within the limits of 2000 degrees C/hour - 30 degrees C/hour. The temperature T1 at the time of melting of \*\*\*\* and the temperature T2 at the time of blowdown of \*\* material were changed as shown in tables 1 and 2. Moreover, the ambient atmosphere and pressure at the time of heat treatment are also shown in tables 1 and 2.

[0062] In this way, about the zygote (anti-\*\*\*\*) of each obtained experimental run number, bonding strength was evaluated based on the "JISR1601K transverse test." However, at the room temperature, the zygote was processed so that a cementation interface might take the lead.

[0063] Moreover, the configuration of a base material was changed in the above. That is, according to the monograph affair of experimental run numbers 1-10, the base material of the shape of a disk type with a diameter phi50mmx thickness of 15mm and the base material of the outer diameter of 36mm, the bore of 28mm, and a tube configuration with a length of 10mm were joined. helium leak trial was presented with the obtained zygote. The limits of measurement of the testing machine used for this trial were 1.0x10<sup>-8</sup> torr l./a second. However, it is "torrl./a second", and the unit of the numeric value in the "amount of leaks" of tables 1 and 2 is "1.0x10<sup>-8</sup>", and is [ 8 / 1.0E-] "1.0x10<sup>-6</sup>" in 1.0E-6.

[0064] Moreover, the cross-section observation by the scanning electron microscope was also presented with each \*\*\*\*\*, and the situation of a cementation interface was checked. The cementation interface phase was identified by the reflection electron image and EDS (Energy Dispersion Spectroscopy). These results are shown in tables 1 and 2.

[0065]

[A table 1]

実 験 No.		1	2	3	4	5
		比較例	実施例	実施例	実施例	実施例
接合した 基材	1	95%AIN	95%AIN	95%AIN	95%AIN	95%AIN
	2	99.9%AIN	99.9%AIN	99.9%AIN	99.9%AIN	99.9%AIN
接 合 剤	37CaO-19Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - -44Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0	1 0	2 0	4 0	6 0
	28CaO-26Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - -46Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	-	-
	43CaO-5Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - -52Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	-	-
	A I N 骨材	1 0 0	9 0	8 0	6 0	4 0
熱 処 理	T 1	1450°C, 2h	1450°C, 2h	1450°C, 2h	1450°C, 2h	1450°C, 2h
	T 2	1600°C, 2h	1600°C, 2h	1600°C, 2h	1600°C, 2h	1600°C, 2h
	雰 囲 気	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)
	圧力 kgf/cm <sup>2</sup>	25kgf/cm <sup>2</sup>	25kgf/cm <sup>2</sup>	25kgf/cm <sup>2</sup>	25kgf/cm <sup>2</sup>	25kgf/cm <sup>2</sup>
接 合 体 特 性	強度 (MP a)	5	2 2 0	3 5 0	3 5 0	3.5 0
	リーク量	1.0E-06	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8
	析 出 相	認められず	AIN	AIN	AIN	AIN



[0066]

[A table 2]

実験 No.		6	7	8	9	10
		実施例	実施例	比較例	実施例	実施例
接合した 基材	1	95%AIN	95%AIN	95%AIN	95%AIN	95%AIN
	2	99.9%AIN	99.9%AIN	99.9%AIN	99.9%AIN	99.9%AIN
接 合 剤	37CaO-19Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 44Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	80	90	100	—	—
	28CaO-26Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 46Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	—	—	—	60	—
	43CaO-5Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 52Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	—	—	—	—	60
	AIN骨材	20	10	0	40	40
熱 処 理	T1	1450℃, 2h	1450℃, 2h	1450℃, 2h	1450℃, 2h	1600℃, 1h
	T2	1600℃, 2h	1600℃, 2h	1600℃, 2h	1600℃, 2h	1750℃, 2h
	雰囲気	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)
	圧力 kgf/cm <sup>2</sup>	25	25	25	25	25
接 合 体 特 性	強度 (MPa)	280	240	100	330	320
	リーク量	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8
	析出相	AIN	AIN	認められず	AIN	AIN

[0067] At an experimental run number 1 (example of a comparison), the bonding strength of a base material is very low, and there are also many amounts of leaks. Bonding strength was high, there were few amounts of leaks, and it was under the limit of measurement of equipment in experimental run numbers 2-7, and 9 and 10.

[0068] In an experimental run number 8, although the AIN aggregate is not put in, it turns out that very firm cementation is formed. However, bonding strength also understands [ the direction of the example of this invention ] improving still more remarkably.

[0069] Next, the thermal cycling test between 50 degrees C and 700 degrees C (100 cycles) was carried out in atmospheric air about each zygote which measured the amount of leaks, respectively. By this, it judged whether it was that to which a zygote can bear a thermal shock and a heat cycle. Consequently, exfoliation and lowering of the amount of leaks were accepted by neither about the example of this invention.

[0070] Moreover, it is 450-degree C NF3 about each zygote of the experimental run numbers 3, 4, 5, and 6 which measured the amount of leaks. The pan was carried out into the plasma for 24 hours. Then, as it was the above, when the amount of leaks was measured, deterioration of the amount of leaks was not accepted.

[0071] Here, the reflection electron image photograph of the ceramic organization near the cementation interface of the zygote (anti-\*\*\*\*) of an experimental run number 5 is shown in drawing 5. In an order from the photograph upside, AIN, a cementation interface, and 99.9%AIN are located in a line 95%. The grain boundary layer which uses yttria as a principal component looks white to the grain boundary of the alumimium nitride particle which looks black in upper 95% AIN layer. Most consists of a black alumimium nitride particle in lower 99.9%AIN layer, and a grain boundary layer is not visible.

[0072] Interface layer thickness was about 10 micrometers. However, in a volume phase and the circumference of it, it turns out that a crack or a deterioration layer are not accepted at all, and abundant layers are not accepted, either but the material of a calcium-Y-aluminum-O system is following the ceramic organization of an up-and-down alumimium nitride layer.

[0073] As a result of analyzing the presentation of this volume phase, it was judged with alumimium nitride. The particle size of the nature particle of alumimium nitride which is in a volume phase to each particle size of the applied powder having been a maximum of 32 micrometers is about 2 microns. That is, it is shown that the alumimium nitride particle in a volume phase re-deposits. Moreover, an oxide is not accepted in a volume phase but it turns out that each nature base material of alumimium nitride of the upside and the bottom from which purity differs has joined good.

[0074] The same microstructure as the above was observed also in the zygote of experimental run numbers 2, 3, 4, 6, and 7.

[0075] The deposit layer was not accepted in the experimental run number 1. Moreover, in the experimental run number 8, the oxide is thoroughly discharged from the cementation interface and it became clear that the crystal phase by the side of 99.9% alumimium nitride and the crystal phase by the side of 95% alumimium nitride were continuing without a crevice.

[0076] (Experiment 2) Like the experiment 1, according to the conditions of each experimental run number shown in a table 3 and a table 4, each zygote was manufactured and the experiment 1 and the same trial were presented. However, in the experiment 2, the base materials which consist of AlN 95% were joined. These results are shown in tables 3 and 4.

[0077]

[A table 3]

実験 No.		1 1	1 2	1 3	1 4	1 5
		比較例	実施例	実施例	実施例	実施例
接合した 基材	1	95%AlN	95%AlN	95%AlN	95%AlN	95%AlN
	2	95%AlN	95%AlN	95%AlN	95%AlN	95%AlN
接 合 剤	37CaO-19Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 44Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0	1 0	2 0	4 0	6 0
	28CaO-26Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 46Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	-	-
	43CaO-5Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 52Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	-	-
	AlN 骨材	1 0 0	9 0	8 0	6 0	4 0
熱 処 理	T 1	1550°C, 2h	1550°C, 2h	1550°C, 2h	1550°C, 2h	1550°C, 2h
	T 2	1700°C, 2h	1700°C, 2h	1700°C, 2h	1700°C, 2h	1700°C, 2h
	雰囲気	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)
	圧力 kgf/cm <sup>2</sup>	1 0 0	1 0 0	1 0 0	1 0 0	1 0 0
接 合 体 特 性	強度 (MPa)	1 0	2 5 0	3 3 0	3 3 0	3 3 0
	リーク量	1.0E-06	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8
	析出相	認められず	AlN	AlN	AlN	AlN

[0078]

[A table 4]

実験 No.		16	17	18	19	20
		実施例	実施例	比較例	実施例	実施例
接合した 基材	1	95%AlN	95%AlN	95%AlN	95%AlN	95%AlN
	2	95%AlN	95%AlN	95%AlN	95%AlN	95%AlN
接 合 剤	37CaO-19Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 44Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	80	90	100	—	—
	28CaO-26Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 46Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	—	—	—	60	—
	43CaO-5Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 52Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	—	—	—	—	60
	AlN骨材	20	10	0	40	40
熱 処 理	T1	1550°C, 2h	1550°C, 2h	1550°C, 2h	1450°C, 2h	1600°C, 1h
	T2	1700°C, 2h	1700°C, 2h	1700°C, 2h	1600°C, 1h	1750°C, 2h
	雰囲気	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)
	圧力 kgf/cm <sup>2</sup>	100	100	100	100	100
接 合 体 特 性	強度 (MPa)	280	240	120	330	320
	リーク量	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8
	析出相	AlN	AlN	認められず	AlN	AlN

[0079] At an experimental run number 11 (example of a comparison), the bonding strength of a base material is very low, and there are also many amounts of leaks. Bonding strength was high, there were few amounts of leaks, and it was under the limit of measurement of equipment in experimental run numbers 12-17, and 19 and 20.

[0080] In an experimental run number 18, although the AlN aggregate is not put in, it turns out that very firm cementation is formed. However, the direction of bonding strength of the example of this invention was improving still more remarkably.

[0081] Next, the thermal cycling test between 50 degrees C and 700 degrees C (100 cycles) was carried out in atmospheric air about each zygote which measured the amount of leaks, respectively. Consequently, in the example of this invention, neither exfoliation nor lowering of the amount of leaks was accepted.

[0082] Moreover, it is 450-degree C NF3 about each zygote of the experimental run numbers 13-16 which measured the amount of leaks. The pan was carried out into the plasma for 24 hours. Then, as it was the above, when the amount of leaks was measured, deterioration of the amount of leaks was not accepted.

[0083] The reflection electron image photograph in which the ceramic organization near the cementation interface of the zygote of an experimental run number 15 is shown is shown in drawing 6. In an order from the photograph upside, 95%AlN / interface phase / 95%AlN is located in a line. The grain boundary layer which uses yttria as a principal component looks white to the grain boundary of the alumimium nitride particle which looks black in an AlN layer 95%.

[0084] Interface layer thickness was about 5 micrometers. As a result of analyzing the presentation of this volume phase, it was judged with alumimium nitride. The particle size of the nature particle of alumimium nitride which is in a volume phase to the particle size of the applied powder having been a maximum of 32 micrometers is about 2 microns. That is, it is shown that the alumimium nitride particle in a volume phase re-deposits.

[0085] The same microstructure as the above was observed also in the zygote of experimental run

numbers 12, 13, 14, 16, and 17.

[0086] The deposit layer was not accepted in the experimental run number 11. In the experimental run number 18, the oxide is thoroughly discharged from the cementation interface and it became clear that the crystal phase of each base material was continuing without a crevice.

[0087] (Experiment 3) Like the experiment 1, according to the conditions of each experimental run number shown in a table 5 and a table 6, each zygote was manufactured and the experiment 1 and the same trial were presented. These results are shown in tables 5 and 6.

[0088]

[A table 5]

実 験 No.		2 1	2 2	2 3	2 4	2 5
		実施例	実施例	実施例	実施例	実施例
接合した 基材	1	95%A1N	95%A1N	95%A1N	95%A1N	99.9%A1N
	2	99.8%A1N	99.8%A1N	99.8%A1N	99.8%A1N	99.8%A1N
接 合 剤	37CaO-19Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 44Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2 0	4 0	6 0	8 0	4 0
	28CaO-26Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 46Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	-	-
	43CaO-5Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 52Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	-	-
	A1N骨材	8 0	6 0	4 0	2 0	6 0
熱 処 理	T 1	1550°C, 2h	1550°C, 2h	1550°C, 2h	1550°C, 2h	1550°C, 2h
	T 2	1700°C, 2h	1700°C, 2h	1700°C, 2h	1700°C, 2h	1700°C, 2h
	雰囲気	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)
	圧力 kgf/cm <sup>2</sup>	5 0	5 0	5 0	5 0	5 0
接 合 体 特 性	強度 (MPa)	2 8 0	3 1 0	3 1 0	2 2 0	3 8 0
	リーク量	1.0E-08	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8
	析出相	A1N	A1N	A1N	A1N	A1N

[0089]

[A table 6]

実 験 No.		2 6	2 7	2 8	2 9	3 0
		実施例	実施例	実施例	比較例	比較例
接合した 基材	1	99.9%A1N	99.9%A1N	99.9%A1N	95%A1N	95%A1N
	2	99.8%A1N	99.9%A1N	99.9%A1N	95%A1N	95%A1N
接 合 剤	37CaO-19Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 44Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6 0	4 0	6 0	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 6 0	CaCO <sub>3</sub> 6 0
	28CaO-26Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 46Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	-	-
	43CaO-5Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 52Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	-	-
	A1N骨材	4 0	6 0	4 0	4 0	4 0
熱 処 理	T 1	1550°C, 2h	1400°C, 0.5h	1400°C, 0.5h	1550°C, 2h	1550°C, 2h
	T 2	1700°C, 2h	1550°C, 0.5h	1550°C, 0.5h	1700°C, 2h	1700°C, 2h
	雰囲気	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)
	圧力 kgf/cm <sup>2</sup>	5 0	5 0	5 0	5 0	5 0
接 合 体 特 性	強度 (MPa)	3 9 0	4 4 0	4 2 0	0	0
	リーク量	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8	-	-
	析出相	A1N	A1N	A1N	-	-

[0090] In experimental run numbers 21-24, AlN (what added 0.15% of the weight of yttria) was joined to AlN 99.8% 95%. As for all, bonding strength and the amount of leaks were good, and the deposit phase was an AlN phase. Also in this, by making the content of AlN in cement into 40 - 60 % of the weight showed that bonding strength improved most.

[0091] In experimental run numbers 25 and 26, although AlN was joined to AlN 99.8% 99.9%, even if compared with experimental run numbers 22 and 23, bonding strength was high further. In experimental run numbers 27 and 28, AlN(s) were joined 99.9%. When the purity of AlN in a base material becomes high so that these results may show, there is an inclination for bonding strength to improve further and this operation is especially remarkable in AlN of 99% or more of purity.

[0092] It is Y2 O3 in order to join the base materials of AlN 95% in experimental run numbers 29 and 30. Or CaCO3 The cement mixed with AlN powder was used. However, the base material was not joined. This is Y2 O3. CaCO3 At 1550 degrees C, it does not fuse but is considered because it did not function as \*\* material.

[0093] Next, the thermal cycling test between 50 degrees C and 700 degrees C (100 cycles) was carried out in atmospheric air about each zygote which measured the amount of leaks, respectively. Consequently, in the example of this invention, neither exfoliation nor lowering of the amount of leaks was accepted.

[0094] Moreover, it is 450-degree C NF3 about each zygote of the experimental run numbers 21-28 which measured the amount of leaks. The pan was carried out into the plasma for 24 hours. Then, as it was the above, when the amount of leaks was measured, deterioration of the amount of leaks was not accepted.

[0095] The reflection electron image photograph in which the ceramic organization near the cementation interface of the zygote of an experimental run number 23 is shown is shown in drawing 7 . In an order from the upside, 95%AlN / interface phase / 99.8%AlN is located in a line. The thickness of an interface phase was about 4 microns.

[0096] As a result of analyzing the presentation of this volume phase, it was judged with aluminum nitride. The particle size of the nature particle of aluminum nitride which is in a volume phase to the particle size of the applied powder having been a maximum of 32 micrometers is about 2 microns. That is, it is shown that the aluminum nitride particle in a volume phase re-deposits. An oxide is not too accepted in an interface.

[0097] (Experiment 4: Prototype of a heater with the protecting tube) The zygote shown in drawing 3 and drawing 4 was made as an experiment. It tried to specifically join the disk 6 made from aluminum nitride (susceptor) with which the coiled form heater made from molybdenum and the mesh made from molybdenum (RF plasma electrode) are laid underground to the pipe 8 made from aluminum nitride (holder). The size of a holder 8 was 210mm in the outer diameter of 60mm, the bore of 52mm, and length. A holder 8 is an ordinary pressure sinter whose purity of AlN is 95%.

[0098] The hotpress furnace which used carbon internal insulation was used for the cementation furnace. Heating was performed in the nitrogen-gas-atmosphere mind of 1.5atm. The susceptor 6 and the holder 8 were contacted, temperature up was carried out at 1000 degrees C/hour - 100 degrees C/hour in speed, and it held at 1550 degrees C for 1 hour, and held at 1700 degrees C

succeedingly for 2 hours. After holding at 1700 degrees C for 2 hours, it was made to cool radiationally to a room temperature in a furnace. It is a while the sample is heated by 1300 degrees C or more plane of composition by the hydraulic press Pressure 60 kgf/cm<sup>2</sup> It continued pressurizing.

[0099] After taking out a zygote from a furnace, when the leak trial as well as experiment 1 was performed, the amount of leaks is  $1.0 \times 10^{-8}$ . They were under a liter/second.

[0100] Subsequently, the electrode lead was attached to the coil made from molybdenum currently laid underground into the susceptor, and the mesh made from molybdenum. Although energization heating of the coil was carried out and 30 times of rising and falling temperature (heat cycle) was repeated the speed for about 25-degree-C/, neither deformation nor a crack was accepted. Moreover, although the leak trial of helium was again performed after this heat cycle, the amount of leaks is  $1.0 \times 10^{-8}$ . Under the liter/second were maintained.

[0101] (Experiment 5) Like the experiment 1, according to the conditions of each experimental run number shown in a table 7 and a table 8, each zygote was manufactured and the experiment 1 and the same trial were presented. However, the class of compound of X, Y, and Z, the rate in the \*\* material of each compound (mol%), and the weight ratio (weight section) of \*\* material and the alumimium nitride aggregate were changed as shown in tables 7 and 8. These results are shown in tables 7 and 8.

[0102]

[A table 7]

実験 No.		3 1	3 2	3 3	3 4	3 5
		実施例	実施例	実施例	実施例	実施例
接合した 基材	1	99.9%A1N	95%A1N	95%A1N	95%A1N	95%A1N
	2	99.9%A1N	99.9%A1N	95%A1N	99.9%A1N	99.9%A1N
融剤の組成 mol %	X	L i <sub>2</sub> O : 4 9			B a O 5 6	C a O 5 6
	Y	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 2 6			Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 7	L a <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 7
	Z	A l <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 2 5			A l <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 3 7	A l <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 3 7
融剤の量 (重量部)		6 0			5 0	5 0
骨材の量 (重量部)		4 0			5 0	5 0
熱 処 理	T 1	1500°C, 2h	1550°C, 2h	1550°C, 2h	1500°C, 2h	1550°C, 2h
	T 2	1620°C, 1h	1650°C, 2h	1650°C, 2h	1650°C, 2h	1650°C, 1h
	雰囲気	N <sub>2</sub> (1.8atm)	N <sub>2</sub> (2.3atm)	N <sub>2</sub> (2.3atm)	N <sub>2</sub> (1.8atm)	N <sub>2</sub> (2.3atm)
	圧力	4 0 k g f / c m <sup>2</sup>				
接 合 体 特 性	強度 (M P a)	3 5 0	2 1 0	1 3 0	2 9 0	2 2 0
	リーク量	1.0E-08	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8
	析 出 相	A 1 N	A 1 N	A 1 N	A 1 N	A 1 N

[0103]

[A table 8]

実験 No.		36	37	38	39
		実施例	実施例	実施例	実施例
接合した 基材	1	95%AlN	95%AlN	95%AlN	95%AlN
	2	99.9%AlN	99.9%AlN	99.9%AlN	99.9%AlN
融剤の組成 mol %	X	CaF <sub>2</sub> 56	CaO 56	CaO 54	BaO 56
	Y	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 7	Y <sub>2</sub> F <sub>6</sub> 7	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 10	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 7
	Z	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 37	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 36	Al <sub>2</sub> F <sub>6</sub> 36	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 20 Al <sub>2</sub> F <sub>6</sub> 17
融剤の量 (重量部)		50	40		40
骨材の量 (重量部)		50	60		60
熱処理	T1	1550°C, 2h	1550°C, 1h	1550°C, 1h	1550°C, 1h
	T2	1650°C, 1h	1700°C, 2h	1700°C, 2h	1700°C, 2h
	雰囲気	N <sub>2</sub> (2.3atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)	N <sub>2</sub> (1.5atm)
	圧力	40 kgf / cm <sup>2</sup>			
接合体特性	強度 (MPa)	170	130	150	250
	リーク量	1.0E-08	<1.0E-8	<1.0E-8	<1.0E-8
	析出相	AlN	AlN	AlN	AlN

[0104] Also in any of experimental run numbers 31-39, bonding strength and the amount of leaks were good, and the deposit phase was an AlN phase. That is, in the combination of the metallic element of a (Li, Ba, calcium)-(Y, La)-aluminum system, even if it used any of an oxide and a fluoride, the good result was obtained.

[0105] Next, the thermal cycling test between 50 degrees C and 700 degrees C (100 cycles) was carried out in atmospheric air about each zygote of experimental run numbers 31-39, respectively. Consequently, exfoliation and lowering of the amount of leaks were accepted in neither of the examples.

[0106] Moreover, it is 450-degree C NF3 about each zygote of experimental run numbers 31-39. The pan was carried out into the plasma for 24 hours. Then, as it was the above, when the amount of leaks was measured, deterioration of the amount of leaks was not accepted.

[0107]

[Effect of the Invention] As stated above, according to this invention, it is offering the new method for enabling it to join, without making phases other than a nature of aluminum nitride ceramic phase substantially placed between both cementation interfaces on the occasion of joining the base materials which consist of nature ceramics of aluminum nitride. Moreover, it is firmly joinable at a temperature low in comparison.

---

[Translation done.]

JAPANESE

[JP,10-273370,A]

---

CLAIMS DETAILED DESCRIPTION TECHNICAL FIELD PRIOR ART EFFECT OF THE  
INVENTION TECHNICAL PROBLEM MEANS EXAMPLE DESCRIPTION OF DRAWINGS  
DRAWINGS

---

[Translation done.]



\* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

## DESCRIPTION OF DRAWINGS

---

### [Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] (a) is the front view showing the condition before joining base materials 1 and 2, and (b) is the front view showing the condition of carrying out melting of the cement near the interface with base materials 1 and 2.

[Drawing 2] (a) is the cross section showing the condition of carrying out melting of the cement among base materials 1 and 2, and (b) is the cross section showing the condition of having fused near the cementation interface of base materials 1 and 2.

[Drawing 3] the maintenance structure of a susceptor created by joining a susceptor 6 and the pipe-like holder 8 is shown -- it is a cross section a part.

[Drawing 4] It is the plan showing the maintenance structure of drawing 3 .

[Drawing 5] It is the reflection electron image photograph of the ceramic organization near the cementation interface of the zygote of an experimental run number 5.

[Drawing 6] It is the reflection electron image photograph in which the ceramic organization near the cementation interface of the zygote of an experimental run number 15 is shown.

[Drawing 7] It is the reflection electron image photograph in which the ceramic organization near the cementation interface of the zygote of an experimental run number 23 is shown.

### [Description of Notations]

1 Two Base material, 1a, 2a The plane of composition of a base material, 3 Cement, 6 A susceptor, 8 A holder, 9 10 The building envelope of a holder 8, 11 The terminal of a cable and 12 resistance heating element, 13 The terminal of an electrode, 20 The cement, 21 which were fused Near interface of the base material which became liquefied

---

[Translation done.]